

UNIVERSIDAD CARLOS III DE MADRID

Escuela Politécnica Superior



TRABAJO FIN DE GRADO

SIMULACIÓN DE LAMINACIÓN ACUMULATIVA DE ZR PURO MEDIANTE TECNOLOGÍA GLEELE

Autor: Alfonso Torijano Fernández

Titulación: Grado en Ingeniería Mecánica

Tutora de la Universidad: Dra. Mónica Campos

Tutores del Instituto IMDEA Materiales: Dra. M^a Teresa Pérez Prado y
Dr. Ilchat Sabirov

Agradecimientos

Quisiera dar las gracias a todas las personas que me han ayudado, de una forma u otra, durante toda mi trayectoria académica, y a la Universidad Carlos III y sus profesores por haber contruibuido a mi formación tanto académica como personal.

En primer lugar agradecer a mis padres y mi hermano el apoyo brindado, su comprensión y paciencia a lo largo de mi vida, ya que sin su esfuerzo y sacrificio en mi educación, no sería la persona que soy ahora. Muchas gracias familia. Os quiero. También me gustaría mencionar al resto de familiares, amigos y a Alicia, que han estado ahí de forma incondicional en los buenos y malos momentos. Gracias a todos.

En tercer lugar me gustaría dar las gracias a mi tutora del proyecto en la Universidad Carlos III, Mónica Campos. También quisiera agradecer al personal del Instituto IMDEA Materiales el haberme brindado la oportunidad de realizar este proyecto, ya que sin ellos no habría sido posible llevarlo a cabo. De manera muy especial quisiera mencionar a mis tutores; María Teresa e Ilchat Sabirov por el esfuerzo y el tiempo dedicados, así como por su comprensión y orientación ante las cuestiones que me iban surgiendo. También me gustaría dar las gracias a Miguel Castillo por su paciencia y su inestimable ayuda, ya que sin esta no habría sido posible llevar a cabo este estudio. Así pues, por último, no me gustaría dejar de citar a: Arturo, Carlota, Marcos, Rodrigo, Gustavo y el resto de mis compañeros del Instituto IMDEA Materiales con los cuales he compartido extraordinarias experiencias.

Resumen

Mediante este trabajo se han simulado con éxito dos ciclos de laminación acumulativa (Accumulative roll bonding, ARB), utilizando una máquina de simulación física, la Gleeble 3800 GTC. Se ha empleado Zr (Circonio) puro previamente extruido, elegido con el objetivo de comparar los resultados obtenidos con estudios preexistentes. Posteriormente se ha estudiado la evolución microestructural, la textura y la mesotextura. Para esto se han empleado distintas técnicas como la difracción de electrones retrodispersados (Electron backscatter diffraction, EBSD), que ha permitido observar con claridad la naturaleza de las fronteras de grano y la distribución espacial de las orientaciones cristalinas. También se ha empleado microscopía de transmisión (Transmission electron microscope, TEM) para observar el tamaño de grano y la microestructura de algunas zonas altamente deformadas.

Se ha observado que tras el primer ciclo de laminación acumulativa (ARB 1), la microestructura estaba compuesta fundamentalmente por celdas de dislocaciones y subgranos y que al aproximarse al centro de la muestra aumentaba la deformación y se obtenía un tamaño de grano en torno a 1 μm . En el segundo ciclo de laminación acumulativa (ARB 2) continúa disminuyendo el tamaño de grano hasta cientos de nanómetros. Por otra parte se aprecia una microestructura más definida y sin tantas dislocaciones con respecto al primer ciclo. A medida que aumenta la deformación la orientación cristalina paralela a la dirección de laminación (DL) pasa de ser la $\langle 10\text{-}10 \rangle$ a la $\langle 11\text{-}20 \rangle$.

Por último se ha comprobado que los resultados obtenidos de la textura y la microestructura concuerdan con los publicados en un artículo previo (Jiang & Pérez-Prado, 2008), que se ha tomado como referencia, en el que se describe un proceso de laminación acumulativa de Zr puro llevado a cabo utilizando una laminadora de laboratorio. Por todo ello se ha concluido que, a pesar de que cuando se utiliza un equipo Gleeble no se considera el efecto de cizalla de los rodillos, la simulación física se ha llevado a cabo con éxito y se ha obtenido una microestructura ultrafina por laminación acumulativa (ARB).

Abstract

This work has successfully simulated two accumulative roll bonding (ARB) cycles, using a physical simulation machine, the Gleeble 3800 GTC. Pre-extruded pure Zr (Zirconium) has been used, chosen with the aim of comparing the results obtained with preexisting studies. Subsequently the microstructural evolution, the texture and the mesotexture have been studied. For this, different techniques such as Electron backscatter diffraction (EBSD) have been used, which has allowed to observe with clarity the nature of the grain boundaries and the spatial distribution of the crystalline orientations. Transmission electron microscopy (TEM) has also been used to observe the grain size and microstructure of some highly deformed areas.

It has been observed that after the first accumulative rolling cycle (ARB 1), the microstructure was composed mainly of dislocations and subgrained cells and that, when approaching the center of the sample, the deformation increased and a grain size was obtained around 1 μm . In the second accumulative rolling cycle (ARB 2) the grain size continues to decrease to hundreds of nanometers. On the other hand we can see a more defined microstructure and without so many dislocations with respect to the first cycle. As the deformation increases, the crystalline orientation parallel to the rolling direction (DL) changes from $\langle 10\text{-}10 \rangle$ to $\langle 11\text{-}20 \rangle$.

Finally, it has been assumed that the results obtained from the texture and microstructure are consistent with those published in a previous article (Jiang & Pérez-Prado, 2008), which has been taken as reference, which describes an accumulative rolling process of pure Zr carried out using a laboratory laminator. Therefore, it was concluded that, even when using a Gleeble equipment, the shear effect of the rollers is not considered, the physical simulation has been carried out successfully and an ultrafine microstructure has been obtained by accumulative rolling (ARB).

ÍNDICE

1. MOTIVACIÓN.....	12
2. OBJETIVOS.....	13
3. ESTADO DEL ARTE	14
3.1. ZR PURO. HISTORIA Y APLICACIONES.	14
3.2. TÉCNICAS DE PROCESADO POR DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA.....	15
3.2.1. <i>Procesos de deformación severa (SPD) y recalentamiento</i>	<i>19</i>
3.2.2. <i>Procesado por ARB</i>	<i>19</i>
3.3. EVOLUCIÓN MICROESTRUCTURAL DURANTE EL PROCESO DE ARB E IMPORTANCIA DEL AFINO DE GRANO.	21
3.3.1. <i>Diferencias entre un procesado por ARB y un procesado por laminación convencional</i>	<i>22</i>
3.3.2. <i>Propiedades mecánicas y aplicaciones de materiales procesados por ARB</i>	<i>23</i>
3.3.3. <i>Endurecimiento por afino de grano.....</i>	<i>25</i>
3.4. ANÁLISIS DE LA TEXTURA	25
3.4.1. <i>Descripción general de la textura</i>	<i>25</i>
3.4.2. <i>Técnica de difracción de electrones retro-dispersados (EBSD) para el análisis de la microtextura ...</i>	<i>28</i>
3.4.3. <i>Textura de un material HCP en un proceso ARB.....</i>	<i>31</i>
4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	34
4.1. MATERIAL DE PARTIDA.....	34
4.2. PROCESO DE SIMULACIÓN FÍSICA MEDIANTE TECNOLOGÍA GLEEBLE	35
4.2.1. <i>Simulación mediante ensayo de compresión con deformación plana.....</i>	<i>36</i>
4.2.2. <i>Esquema del proceso de simulación física.....</i>	<i>38</i>
4.2.3. <i>Descripción del proceso de simulación física</i>	<i>38</i>
a) <i>Etapas de recocido</i>	<i>38</i>
b) <i>Simulación física del primer ciclo de laminación acumulativa</i>	<i>39</i>
c) <i>Simulación del segundo ciclo de laminación acumulativa.....</i>	<i>41</i>
4.3. CARACTERIZACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA.....	43
4.3.1. <i>Preparación de las muestras</i>	<i>43</i>
4.3.2. <i>Difracción de electrones retro-dispersados (EBSD).....</i>	<i>49</i>
4.3.3. <i>Microscopía electrónica de transmisión (TEM)</i>	<i>52</i>
4.3.4. <i>Micro-mecanizado de una lámina para microscopía de transmisión.</i>	<i>53</i>
5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	56
5.1. MICROESTRUCTURA DEL MATERIAL DE PARTIDA	56
5.1.1. <i>Plano DL-DT.</i>	<i>56</i>
5.1.2. <i>Plano DL-DN</i>	<i>59</i>
5.1.3. <i>Tamaño de grano del material de partida.....</i>	<i>60</i>
5.2. MICROESTRUCTURA DEL MATERIAL RECOCIDO.....	61

5.3.	MICROESTRUCTURA DE LA MUESTRA PROCESADA MEDIANTE EL PRIMER CICLO DE SIMULACIÓN DE ARB.....	64
5.3.1.	Medida cercana al borde inferior de la muestra (1º)	65
5.3.2.	Medida entre el centro y el borde inferior de la muestra (2º)	67
5.3.3.	Medida cerca del centro de la muestra (3º)	70
5.3.4.	Medida en el centro de la muestra (4º).....	73
5.3.5.	Estudio de la microestructura del centro de la muestra simulada por ARB ₁ mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM).	74
5.3.6.	Caracterización y comparación del tamaño de grano en las distintas medidas de la muestra simulada por el primer ciclo de ARB	79
5.4.	MICROESTRUCTURA DE LA MUESTRA EN EL PLANO DL-DN TRAS EL SEGUNDO CICLO DE SIMULACIÓN DE ARB (ARB₂)	80
5.4.1.	Medida en una zona intermedia de la muestra (1º).....	80
5.4.2.	Medida en el centro de la muestra (2º).....	82
5.4.3.	Estudio de la microestructura del centro de la muestra simulada por ARB 2 mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM)	85
5.4.4.	Caracterización y comparación del tamaño de grano en las distintas medidas de la muestra simulada por el segundo ciclo de ARB (ARB ₂)	90
5.5.	DISCUSIÓN	91
6.	CONCLUSIONES	93
7.	BIBLIOGRAFÍA.....	94

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Representación de los planos de deslizamiento y maclado.	14
Figura 2 (a) Esquema del proceso ECAP; (b) Rutas de ECAP.	16
Figura 3 Esquema de procesado por HPT	17
Figura 4 Esquema de procesado por FSP	18
Figura 5 Esquema de procesado por MM.....	18
Figura 6 (a) Esquema de ECAP + laminación en frío (b); Esquema de ECAP + extrusión convencional.....	19
Figura 7 Esquema de procesado por	20
Figura 8 (a) Esquema evolución de la microestructura; (b) Esquema evolución de la microestructura	21
Figura 9 Evolución de la deformación con el número de ciclos en un procesado por ARB.....	23
Figura 10 Esquema de conjunto de dislocaciones	24
Figura 11 Curvas de resistencia y ductilidad durante el procesado por técnicas SPD.....	25
Figura 12 Ejemplo de varios tipos de texturas.....	26
Figura 13 Esquema de figura de polos directa. Construcción de figuras de polos en proyección estereográfica. (a) Proyección de las direcciones sobre la esfera de referencia; (b) proyección de las direcciones sobre el plano ecuatorial de la esfera (polos)	27
Figura 14 Esquema de una figura inversa de polos obtenida mediante una proyección estereográfica	28
Figura 15 Esquema del sistema EBSD	29
Figura 16 (a) Representación de bandas de Kikuchi; (b) Proceso de generación de bandas de Kikuchi	29
Figura 17 Conos que generan las bandas de Kikuchi	30
Figura 18 (a) Orientaciones de laminación en frío; (b) Orientaciones con recalentamiento hasta 600 °C	32
Figura 19 Microestructura inicial de Zr puro	33
Figura 20 Evolución de la microestructura con la deformación en el plano DL-DN. a) Pre deformación ($\epsilon=0,33$); b) ARB 1 ($\epsilon=1,97$); c) ARB 2 ($\epsilon=3,61$); d) ARB 3 (5,25).	33
Figura 21 Medida del espesor de una de las muestras iniciales.....	34
Figura 22 Dimensiones de las muestras de partida.....	34
Figura 23 Características y prestaciones de la Gleeble 3800 GTC	35
Figura 24 Máquina Gleeble 3800 GTC	36
Figura 25 Comparación entre un proceso de laminación y un ensayo de compresión en deformación plana.....	37
Figura 26 Sistema de direcciones empleado y esquema del ensayo de compresión utilizado	37
Figura 27 Esquema del proceso de simulación.....	38
Figura 28 (a) Máquina empleada para fundir los termopares; (b) Termopares empleados para controlar la temperatura	39

Figura 29 Parámetros empleados para el primer ciclo de ARB	40
Figura 30 (a) Intentos de simulación fallidos; (b) Muestra procesada por simulación de ARB1 satisfactoriamente (e=2,7mm)	40
Figura 31 Muestra preparada para la simulación en la Gleeble 3800	41
Figura 32 Parámetros empleados para el segundo ciclo de ARB.....	42
Figura 33 Muestra procesada por simulación de ARB2	42
Figura 34 Cortadora de hilo empleada para preparar las muestras	43
Figura 35 Resina conductora empleada para la preparación de las muestras	44
Figura 36 Embutidora Buehler SimpliMet™2 Mounting Press.....	45
Figura 37 Lijas de distintos tamaños de partículas	46
Figura 38 (a) Paño de 9 µm; (b) Paño de 3 µm; (c) Paño de 1 µm; (d) Paño de 0,04 µm OP-S.....	47
Figura 39 Pulidora empleada para preparar las muestras.....	47
Figura 40 Ácido nítrico y ácido fluorhídrico.....	48
Figura 41 Elemento de sujeción para el aclarado de la muestra	48
Figura 42 FIB-FEGSEM (Helios NanoLab 600i, FEI) empleado para la realizar pruebas EBSD y preparación de la lámina del TEM.....	49
Figura 43 Red HCP	50
Figura 44 Sistema de coordenadas de la muestra	50
Figura 45 Channel V, programa utilizado para analizar los resultados obtenidos por EBSD	51
Figura 46 (a) Esquema de un microscopio de transmisión (TEM); (b) Microscopio de transmisión empleado para la obtención de la microestructura de la muestra deformada	52
Figura 47 Imagen del FIB mostrando la deposición de platino para el micromecanizado de una lámina	53
Figura 48 Lámina micro-mecanizada para su estudio en el TEM	54
Figura 49 Proceso de adelgazamiento de la lámina para su observación en el TEM	55
Figura 50 Leyenda utilizada para la interpretación de las figuras inversas de polos.....	56
Figura 51 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DT; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DT; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DT	57
Figura 52 Figuras inversas de polos del plano DL-DT del material de partida.....	58
Figura 53 Histograma de desorientaciones de bordes de grano en el plano DL-DT de la muestra inicial	58
Figura 54 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN; (b) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN; (c) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN	59
Figura 55 Figuras inversas de polos del plano DL-DN del material de partida	60
Figura 56 Histograma de desorientaciones de bordes de grano en el plano DL-DN de la muestra inicial.....	60
Figura 57 Tamaños de grano de los planos DL-DT y DL-DN del material de partida	61

Figura 58 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DT de la muestra recocida; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DT de la muestra recocida; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DT de la muestra recocida.....	62
Figura 59 Figuras inversas de polos del plano DL-DT del material recocido.....	63
Figura 60 Histograma de desorientaciones de bordes de grano en el plano DL-DT del material recocido.....	63
Figura 61 Tamaño de grano del plano DL-DT del material recocido	64
Figura 62 Esquema de medidas que se han tomado sobre la muestra simulada en el primer ciclo de ARB	64
Figura 63 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN del borde de la muestra procesada por ARB 1; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN del borde de la muestra procesada por ARB 1; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN del borde de la muestra procesada por ARB 1	66
Figura 64 Figuras inversas de polos del plano DL-DN del borde de la muestra procesada por ARB 1	66
Figura 65 Histograma de desorientaciones de bordes de grano en el plano DL-DN del borde del material procesado por ARB.....	67
Figura 66 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN de la zona intermedia de la muestra procesada por ARB 1; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN de la zona intermedia de la muestra procesada por ARB 1; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN de la zona intermedia de la muestra procesada por ARB 1	68
Figura 67 Figuras inversas de polos del plano DL-DN de la zona intermedia de la muestra procesada por ARB 1.....	69
Figura 68 Histograma de desorientaciones de bordes de grano en el plano DL-DN de la zona intermedia del material procesado por ARB 1	69
Figura 69 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN de una zona cercana al centro de la muestra procesada por ARB 1; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN de una zona cercana al centro de la muestra procesada por ARB 1; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN de una zona cercana al centro de la muestra procesada por ARB 1	71
Figura 70 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN de una zona cercana al centro de la muestra procesada por ARB 1; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN de una zona cercana al centro de la muestra procesada por ARB 1; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN de una zona cercana al centro de la muestra procesada por ARB 1	72
Figura 71 Figuras inversas de polos del plano DL-DN de una zona cercana al centro de la muestra procesada por ARB 1	72
Figura 72 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN en el centro de la muestra procesada por ARB 1; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN en el centro de la muestra procesada por ARB 1; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN en el centro de la muestra procesada por ARB 1.....	73
Figura 73 Figuras inversas de polos del plano DL-DN en el centro de la muestra procesada por ARB 1.....	74
Figura 74 (a-f) Microestructura de la zona 4º en la muestra procesada mediante ARB1.	76
Figura 75 Microestructura de la zona 4º en la muestra procesada mediante ARB1. (a-d) Celdas de dislocaciones; (e-f) Granos alargados.....	77
Figura 76 Imagen del patrón de difracción del centro de la muestra simulada por ARB1	78
Figura 77 Comparación de tamaños de grano de las distintas medidas en el plano DL-DN de la muestra obtenidos mediante aproximación a elipses	79

Figura 78 Esquema de medidas que se han tomado sobre la muestra en vertical simulada en el segundo ciclo de ARB	80
Figura 79 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN de la zona intermedia de la muestra procesada por ARB 2; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN de la zona intermedia de la muestra procesada por ARB 2; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN de la zona intermedia de la muestra procesada por ARB 2	81
Figura 80 Figuras inversas de polos del plano DL-DN en la zona intermedia de la muestra procesada por ARB 2	82
Figura 81 Histograma de desorientación de bordes de grano en el plano DL-DN de la zona intermedia procesado por ARB 2	82
Figura 82 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN del centro de la muestra procesada por ARB 2; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN del centro de la muestra procesada por ARB 2; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN del centro de la muestra procesada por ARB 2	83
Figura 83 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN del centro de la muestra sin limpiar procesada por ARB 2; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN del centro de la muestra sin limpiar procesada por ARB 2; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN del centro de la muestra sin limpiar procesada por ARB 2	84
Figura 84 Figuras inversas de polos del plano DL-DN en el centro de la muestra procesada por ARB 2	85
Figura 85 (a-h) Imagen de la microestructura con granos ultrafinos	87
Figura 86 (a) Imagen de un punto triple donde se distinguen los átomos; (b) Imagen de la microestructura con granos ultrafinos	88
Figura 87 (a-b) Imagen de las dislocaciones dentro de un grano	88
Figura 88 Imagen del patrón de difracción del centro de la muestra simulada por ARB2	89
Figura 89 Comparación de tamaños de grano de las distintas medidas en el plano DL-DN de la muestra obtenidos mediante aproximación a elipses	90
Figura 90 (a) Figuras inversas de polos del plano DL-DT del material recocido; (b) Figuras inversas de polos del plano DL-DN en el material inicial, procesado por ARB convencional (Jiang & Pérez-Prado, 2008)).....	91
Figura 91 Figuras inversas de polos del plano DL-DN en el material procesado tras tres ciclos de laminación convencional ARB 3 (Jiang & Pérez-Prado, 2008)).....	92

ÍNDICE ALFABÉTICO DE SIGLAS

- ARB = Accumulative roll bonding.
- EBSD = Electron backscatter diffraction.
- ECAD = Equal channel angular drawing.
- ECAP = Equal channel angular pressing.
- ECAR = Equal channel angular rolling.
- EDS = Energy Dispersive X-Ray.
- DL = Dirección de laminación.
- DN = Dirección normal.
- DT = Dirección transversal.
- FCC = Face-centered cubic.
- FSP = Friction stir processing.
- Ga = Galio.
- HCP = Hexagonal compact.
- Hf = Hafnio.
- HPT = High pressure torsion.
- IMDEA = Instituto Madrileño De Estudios Avanzados.
- IPF = Inverse pole figure.
- MDF = Multi-directional forging.
- MM = Mechanical Milling.
- MO = Microscopía Óptica.
- PSCT = Plane strain compression testing.
- SiC = Carburo de silicio.
- SPD = Severe plastic deformation.
- STEM = Scanning Transmission Electron Microscopy.
- STS = Severe torsion strain.
- TEM = Transmission electron microscopy.
- Zr = Circonio.

1. Motivación

Dada la incesante demanda por parte de la sociedad de materiales con mejores propiedades se está investigando la optimización de multitud de procesos de conformado ya que esto repercute de forma importante y beneficiosa en el sector de la industria.

A lo largo de los últimos 20 años las técnicas de deformación severa (SPD) han sido ampliamente estudiadas para obtener materiales metálicos con tamaño de grano ultrafino, ya que las propiedades mecánicas de éstos son notablemente superiores a los metales procesados por métodos convencionales.

El laminado acumulativo (ARB) que consiste en varios ciclos sucesivos de laminación de un conjunto de chapas apiladas es una de las técnicas de deformación severa que mejor capacidad de adaptación tiene a la industria, ya que se puede realizar mediante un tren de laminación convencional, por lo que no requiere grandes inversiones. En la actualidad multitud de elementos se realizan mediante procesos de conformado, y en especial por laminación. Tal es el caso, por ejemplo, de las chapas de acero para tejados, quitamiedos, carrocerías de automóviles, carcasas, otros elementos del sector aeronáutico, etc...

Este proyecto se plantea por parte del instituto IMDEA Materiales con la finalidad de optimizar los parámetros del proceso de laminación acumulativa en circonio puro. En particular, se explorará la posibilidad de utilizar la tecnología Gleeble para simular el proceso. En caso afirmativo esto permitiría la optimización de parámetros de laminado con un ahorro de costes significativo.

2. Objetivos

Este proyecto tiene como objetivo analizar si es posible simular un proceso de laminación acumulativa de Zr puro mediante tecnología Gleeble que permite simular procesos industriales y controlar las condiciones de temperatura y presión de forma muy precisa. Para comprobar si la simulación con la máquina Gleeble 3800 es válida se estudiará la evolución de la textura y la microestructura. Posteriormente se compararán los resultados obtenidos con los de un proceso de laminación acumulativa convencional.

El estudio de la textura y la caracterización micro estructural del Zr se ha llevado a cabo haciendo uso de varias técnicas de microscopía complementarias en muestras procesadas mediante distintos ciclos de laminación acumulativa (ARB). Mediante la difracción de electrones retrodispersados (EBSD) se ha podido estudiar la microtextura así como la distribución y naturaleza de las fronteras de grano del material de forma particular, es decir, la mesotextura. Para observar la evolución del tamaño de grano se ha empleado microscopía de transmisión (TEM). Mediante estas técnicas se ha podido observar la variación del tamaño de grano y el cambio de la distribución de las orientaciones cristalográficas con la deformación plástica, es decir, para distintos ciclos de laminado y diferentes temperaturas.

Es la primera vez que la tecnología Gleeble se utilizaría para simular un proceso de laminación acumulativa y, por tanto, este trabajo puede calificarse como pionero en su campo.

3. Estado del arte

3.1. Zr Puro. Historia y aplicaciones.

El circonio es el elemento químico de número atómico 40 y peso atómico 91,224 u. Su símbolo es Zr y toma su nombre del mineral circón, que es su fuente primaria. Es un metal con un color entre gris y blanco, duro, resistente a la corrosión y con un aspecto parecido al del acero. El circonio es muy parecido al hafnio y separar completamente uno de otro es complicado ya que los minerales fundamentales de donde se extrae son el circón (ZrSiO_4) y la badeleyita (ZrO_2) y están compuestos por ambos elementos. Tiene una estructura hexagonal compacta (HCP) y los principales planos de deslizamiento y maclado son prismáticos, basales y piramidales, tal y como se observa en la Figura 1.

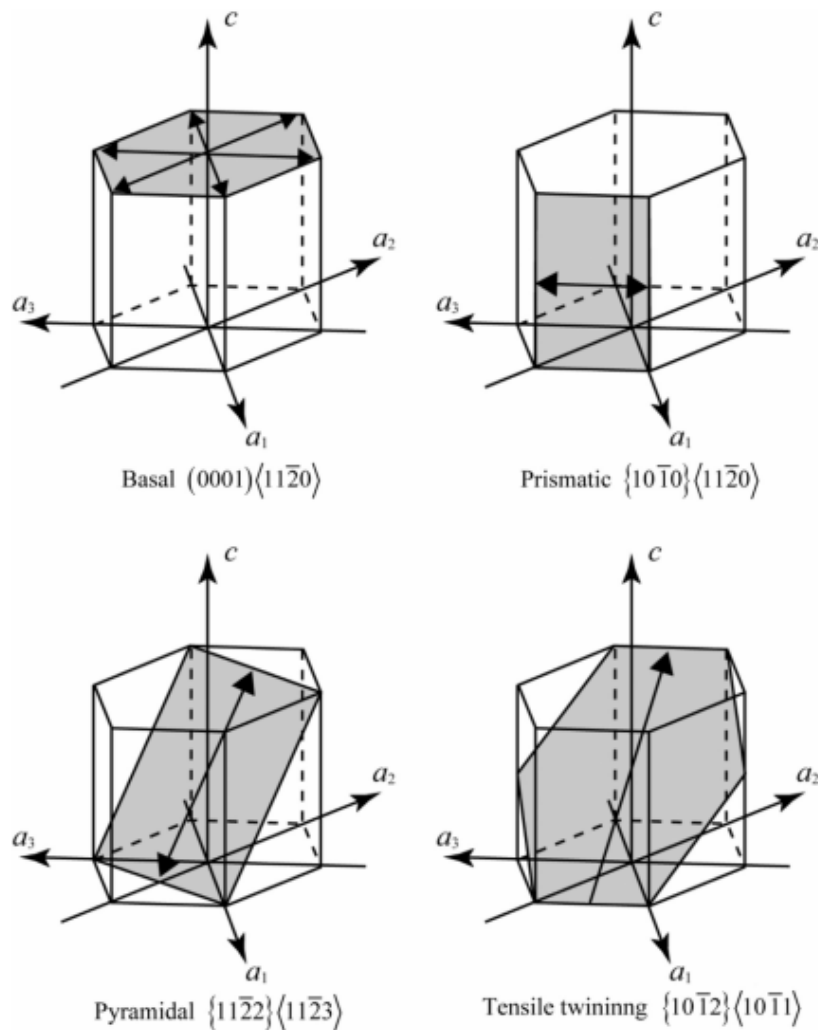


Figura 1 Representación de los planos de deslizamiento y maclado.

El circonio fue descubierto por Martin Heinrich Klaproth a partir del circón ($\text{Zr} [\text{SiO}_4]$) en 1789. Posteriormente, en 1824 fue aislado en estado impuro por Jons Jakov Berzelius por la reducción del fluoruro de potasio y el circonio, K_2ZrF_6 con potasio. Para llevar a cabo el experimento calentó la mezcla en un tubo de hierro y tras tratarlo con agua, secarlo y someterlo a un calentamiento en ácido clorhídrico diluido consiguió un polvo negro. No sería hasta 1914 cuando conseguiría aislarse el circonio en estado puro. Sin embargo la correcta masa atómica del circonio se determinaría hasta 1924, ya que debido a su parecido se desconocía que el circonio natural siempre contiene algo de hafnio. Debido a esto las mediciones de la masa atómica daban valores algo superiores a lo esperado.

La primera aplicación práctica de circonio se utiliza como flash en fotografía. En la actualidad este elemento se emplea fundamentalmente en los reactores nucleares, ya que tiene una baja sección de captura de neutrones. También se emplea como aleante por su buena resistencia a la corrosión, como material refractario para aguantar altas temperaturas debido a que su $T_f = 1855\text{ }^\circ\text{C}$.

3.2. Técnicas de procesamiento por deformación plástica severa

El desarrollo y el estudio de técnicas de deformación plástica severa (SPD) en los últimos años han ido en aumento. Mediante estas técnicas es posible obtener en metales una microestructura de grano ultrafino ($< 1\text{ }\mu\text{m}$) debido a las intensas deformaciones a las que se somete el material sin variar sus dimensiones. Estos procesos son denominados “top down” (de arriba hacia abajo), donde una microestructura de tamaño de grano convencional es fragmentada hasta la obtención de grano ultrafino.

Estas técnicas presentan ventajas especialmente interesantes: bajo coste, obtención de material en grandes cantidades (con alguna excepción) y versatilidad, ya que permiten procesar cualquier material metálico. Además facilitan la reciclabilidad del material debido a que el afino de grano se consigue sin necesidad de partículas o aleantes (Manrique, 2011).

Algunas de las técnicas más conocidas son el procesamiento por extrusión en canal angular constante (equal channel angular pressing, ECAP), el procesamiento por torsión a alta presión (high pressure torsion, HPT), fricción batida (friction stir processing, FSP), molienda o aleado mecánico (mechanical milling, MM) y unión por laminación acumulativa (ARB), que es la técnica que será utilizada para este estudio.

El proceso de presión en canal angular constante (ECAP), ilustrado en la Figura 2 a), fue inventado en 1972 por Segal. Consiste en presionar el material policristalino para que pase por un canal con un codo que lo une con otro canal de la misma sección. El material se deforma plásticamente por cizalladura, la

deformación plástica equivalente producida por el proceso depende del ángulo del codo ϕ y del ángulo de la esquina ψ y es posible calcularla según la Ecuación 1; donde N es el número de pasadas a través el canal (Cabrera & R, 2008).

$$\varepsilon = \frac{2N}{\sqrt{3}} \left[\cos \left\{ \left(\frac{\Phi}{2} \right) + \left(\frac{\Psi}{2} \right) \right\} + \Psi \operatorname{cosec} \left\{ \left(\frac{\Phi}{2} \right) + \left(\frac{\Psi}{2} \right) \right\} \right] \quad (1)$$

Otro aspecto a tener en cuenta de esta técnica es la ruta de procesado, ya que se ha desarrollado una gran variedad de rutas mediante la rotación de la barra respecto a su eje longitudinal, tal y como se muestra en la Figura 2 (b) (Cabrera & R, 2008). Además se han inventado nuevas variantes del proceso como el estirado en canal angular constante (equal channel angular drawing, ECAD) y el laminado en canal angular constante (equal channel angular rolling, ECAR) con el objetivo de mejorar la productividad del proceso y aumentar la deformación (Azushima, 2008).

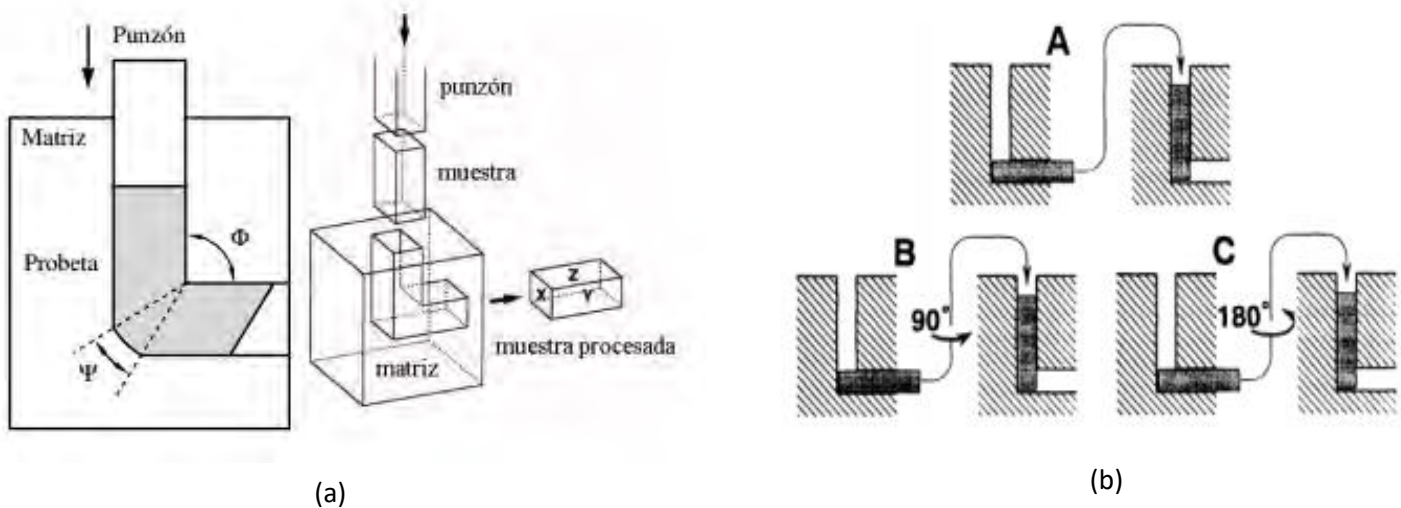


Figura 2 (a) Esquema del proceso ECAP; (b) Rutas de ECAP.

Esta técnica permite imponer al material deformaciones muy altas mediante la repetición del proceso, además permite la obtención de material de forma masiva pero el tamaño de las muestras es pequeño por lo que es difícil que el proceso sea productivo.

El procesado de torsión a alta presión (HPT) se basa en deformar por torsión muestras con forma de disco, ajustadas en una cavidad, mediante una herramienta que gira y presiona la muestra. El proceso se puede observar en la Figura 3 (Manrique, 2011). Cabe destacar que la deformación plástica en este proceso no es homogénea, ya que depende de la posición radial de la muestra por lo que existirá un gradiente de deformación que aumentará desde el centro al radio exterior del disco (Cabrera & R, 2008).

Como no existe flujo y las dimensiones de la probeta se mantienen constantes la deformación torsional de la muestra viene dada por la Ecuación 2; donde r es la distancia al centro, h es el espesor y ϕ es ángulo en radianes (Manrique, 2011).

$$\gamma = (r/h)\phi \quad (2)$$

Esta técnica presenta las mismas ventajas e inconvenientes que el procesado por presión en canal angular constante (ECAP), por lo que se están estudiando formas de poder aumentar las dimensiones de las muestras con el objetivo de hacer el proceso productivo (Cabrera & R, 2008). Además se han propuesto procesos parecidos como alta presión por torsión en volumen.

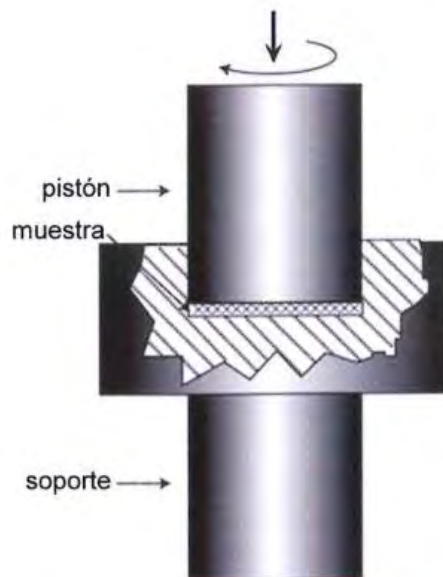


Figura 3 Esquema de procesado por HPT

Otra técnica de gran interés es el procesado por fricción batida (FSP) que se basa en atravesar la muestra con una fresa que tiene un punzón en el centro tal y como se muestra en la Figura 4. La fresa gira batiendo el material y lo deforma severamente. Las deformaciones alcanzadas son muy elevadas y permiten el

procesado de gran cantidad de material. El principal problema que presenta esta técnica es el espesor, ya que solo puede aplicarse a muestras con un espesor de pocos milímetros (Manrique, 2011).

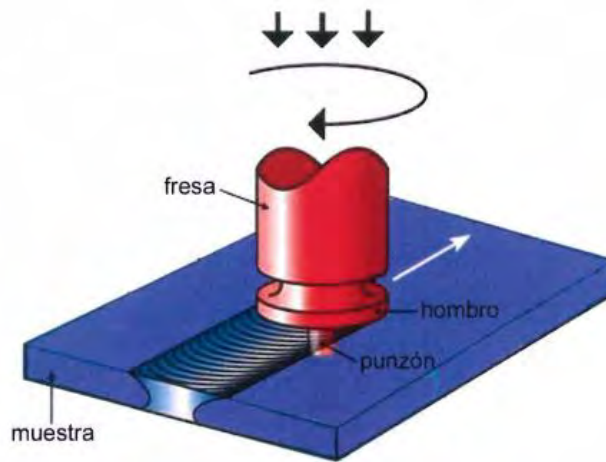


Figura 4 Esquema de procesamiento por FSP

La técnica de molienda (MM), que surgió en la década de los 60, se basa en introducir un material en un contenedor lleno de bolas como se puede observar en la Figura 5. Posteriormente se producen movimientos de traslación y rotación del recipiente, lo que hace que las bolas ejerzan grandes esfuerzos sobre el polvo metálico y se produzcan severas deformaciones afinando las partículas de polvo. Se puede utilizar esta técnica para refinar un solo tipo de material o para alear varios materiales (Cabrera & R, 2008).

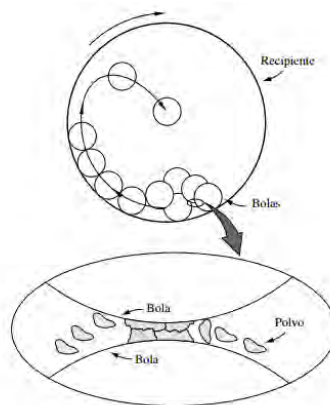


Figura 5 Esquema de procesamiento por MM

Además de estas técnicas existen otras como la extrusión cíclica por compresión, forja multidireccional (multi-directional forging, MDF), forja cíclica cerrada, deformación por torsión severa (Severe torsion strain, STS), etc...

También se han desarrollado procesos combinados de técnicas de deformación severa con procesos convencionales. Dos de los más conocidos son la extrusión en canal angular (ECAP) combinado con un proceso de laminación en frío o con un proceso de extrusión convencional tal y como se puede observar en las Figuras 6 (a) y 6 (b). (Azushima, 2008)

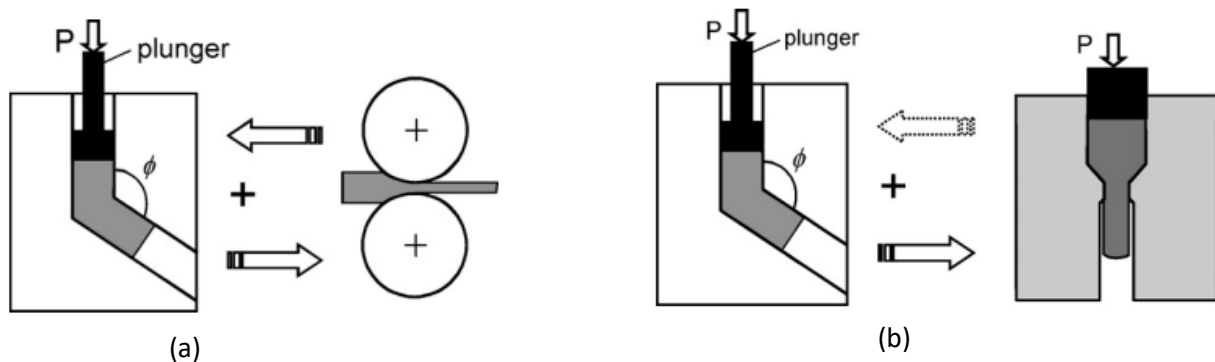


Figura 6 (a) Esquema de ECAP + laminación en frío (b); Esquema de ECAP + extrusión convencional

3.2.1. Procesos de deformación severa (SPD) y recalentamiento

Los metales obtenidos mediante procesos de deformación severa acumulativa (SPD) tienen unas grandes prestaciones y una gran resistencia. Sin embargo su ductilidad se reduce considerablemente. Para aumentar la ductilidad se realizan recocidos y distintos tratamientos térmicos tras el procesado.

3.2.2. Procesado por ARB

Es la técnica sobre la cual va a tratar el proyecto, ya que se pretende simular dicho proceso. Esta se basa en la reducción sistemática del espesor de una chapa mediante un tren de laminación tal y como se muestra en la Figura 7. En el primer ciclo la chapa pasa por el tren de laminación y se reduce su espesor, posteriormente se corta en 2 partes y se superpone una encima de la otra, tras lo cual se vuelve a reducir el espesor del conjunto de las dos chapas mientras se aplica temperatura y se consigue la unión de ambas. Este proceso se repite las veces necesarias hasta conseguir el tamaño de grano deseado de modo que se puedan obtener deformaciones muy altas. Lo que garantiza la obtención de un material con tamaño de grano ultrafino (Azushima, 2008).

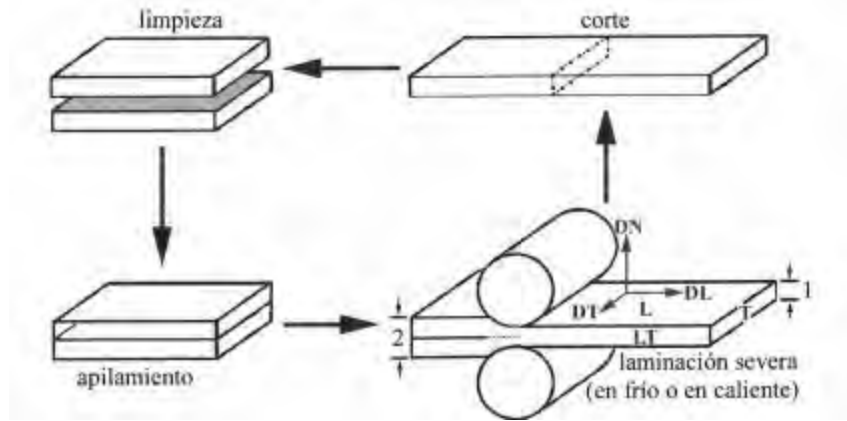


Figura 7 Esquema de procesado por

Es importante destacar que la temperatura de calentamiento varía según el material ya que se debe alcanzar una temperatura elevada pero siempre por debajo de la temperatura de recrystalización porque esta reduce la deformación plástica acumulada. También debe tenerse en cuenta que existe un límite de reducción de espesor por pasada y que este ronda aproximadamente el 50 %, debido a que si se aplicara más habría que aumentar la temperatura y esto reduciría la deformación plástica acumulada. Si la reducción del espesor por pasada es del 50% tenemos que el espesor final se obtiene según la Ecuación 3 (Saito, Utsunomiya, Tsuji, & Sakai, 1998):

$$t = \frac{t_0}{2^n} \quad (3)$$

Si asumimos el uso del criterio de plastificación de Von Mises y deformación plana, la deformación plástica equivalente puede obtenerse según la Ecuación 4:

$$\varepsilon = \left\{ \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{1}{2} \right) \right\} \times n = 0.80n. \quad (4)$$

En este procesado existen 3 direcciones características: la dirección de laminación (DL) en la cual se alargan los granos, la dirección normal (DN) en la cual actúa la fuerza de compresión y la dirección transversal (DT). Una limitación que presenta la laminación acumulativa (ARB) es la obtención de granos no equiaxiales, debido a que la obtención de estos depende de la dirección de laminación (DL). Sin embargo presenta muchas ventajas respecto al resto de técnicas desde un punto de vista industrial, ya que puede realizarse en un tren de laminación convencional por lo que no necesita una alta inversión inicial y permite el procesado de muestras de gran tamaño (Manrique, 2011).

3.3. Evolución microestructural durante el proceso de ARB e importancia del afino de grano.

En un proceso dinámico de ARB a alta temperatura existen varias fases o etapas. En una primera etapa durante el inicio de la deformación plástica, la tensión (σ_p) aumenta con la deformación (ϵ) aplicada de forma rápida. Esto se debe fundamentalmente al movimiento de las dislocaciones y la acumulación de estas, lo que promueve la formación de marañas de dislocaciones. Sin embargo a medida que aumenta la densidad de dislocaciones se ralentiza el aumento de la deformación plástica, ya que estas se van acomodando y se reorganizan.

De esta forma las dislocaciones forman celdas con bordes de frontera distorsionados, posteriormente, conforme aumenta la deformación plástica, forman subgranos y finalmente granos bien definidos tal y como se observa en la Figura 8 (a) y 8 (b). Paralelamente a este proceso se produce el maclado de los granos en los estados iniciales de deformación (Manrique, 2011).

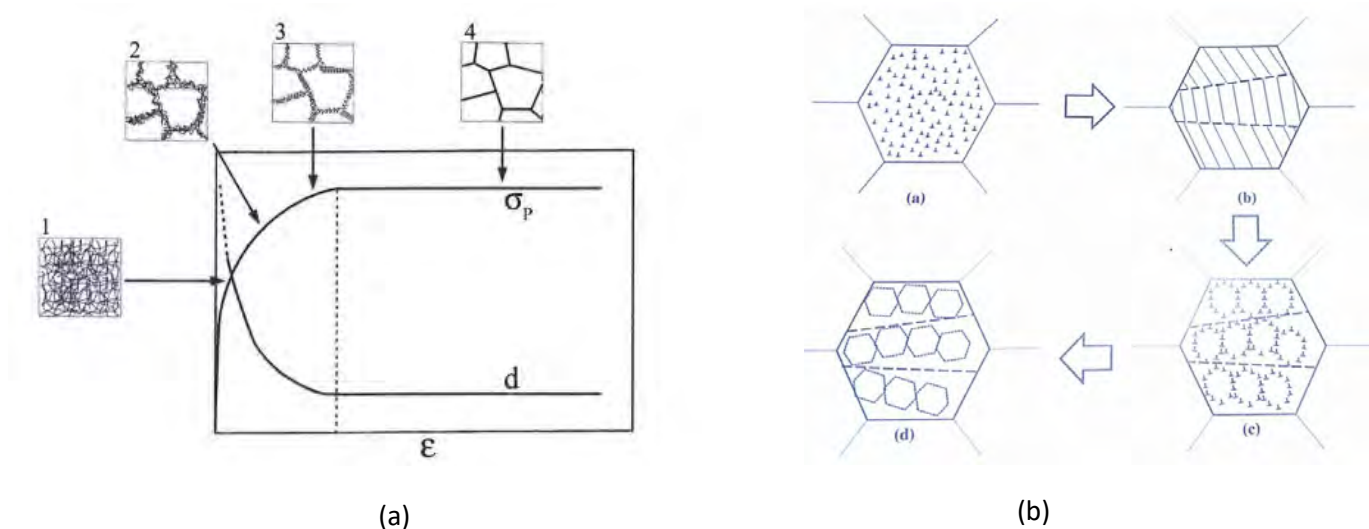


Figura 8 (a) Esquema evolución de la microestructura; (b) Esquema evolución de la microestructura

Cabe destacar que el tamaño medio de las celdas, subgranos y granos formados depende de la tensión aplicada. Por lo que la tensión de plastificación de un metal policristalino está relacionada con el tamaño de grano según la Ecuación 5 tipo Hall-Petch:

$$\sigma_Y = \sigma_0 + A d^{-1/2} \quad (5)$$

Donde A es una constante y σ_0 es la tensión de fricción (Azushima, 2008).

La evolución microestructural se produce de forma homogénea y gradual y los esquemas de las Figuras 8 (a) y 8 (b) son aplicables a casi todos los metales y aleaciones, aunque estos también depende del material y las condiciones de procesado, por lo que hay que tener en cuenta los dos efectos. El efecto de partículas de soluto ya que para la misma deformación plástica se alcanzará un menor tamaño de grano y menor desorientación de los bordes de grano en una aleación que un metal puro. Esto se debe a que el aumento de la cantidad de partículas de soluto retrasa el estado estacionario. En segundo lugar hay que tener en cuenta el efecto de la temperatura y de la velocidad de deformación. Como se ha comentado anteriormente, la disminución de la temperatura y el aumento de la velocidad de deformación favorecen una microestructura más fina y menos restaurada.

3.3.1. Diferencias entre un procesado por ARB y un procesado por laminación convencional

La evolución de la microestructura en ambos casos es similar, ya que se produce un afino de grano conforme aumenta la deformación aplicada. En ambos procesos se desarrolla una microestructura de tipo “lámina” que destaca por tener los granos alargados en la dirección de laminación (DL) y aplastados en la dirección normal (DN). Sin embargo aunque se tenga la misma microestructura en ambos casos, en el procesado por ARB el afino de grano y la desorientación son mucho más rápidos.

En un proceso de laminación se distinguen dos tipos de deformación. Una deformación plana de compresión en la dirección normal (DN) que es la que provoca la reducción del espesor y otra deformación de cizalla debida a la fricción con los rodillos. En un procesado por ARB, debido al corte y superposición de las distintas láminas, se introduce una gran cantidad de deformación de cizalla en varias capas hacia el interior de la muestra tal y como se puede observar en la Figura 9. Estos picos de deformación de cizalla a lo largo del espesor de la muestra, que no tendríamos en un proceso de laminación severa convencional ya que solo habría deformación plana, podrían ser los responsables de la rápida evolución microestructural (Manrique, 2011).

Los cambios que se producen en la combinación de deformaciones durante un proceso de ARB se complican conforme aumentan los ciclos de laminación, pero es posible que estos sean de gran importancia para acelerar los procesos de afino y desorientación. Además se han realizado ensayos con

Al-Mg que muestran que el hecho de rotar la probeta entre un ciclo y otro, para una misma deformación de cizalla, contribuye a aumentar el afino de grano y la desorientación.

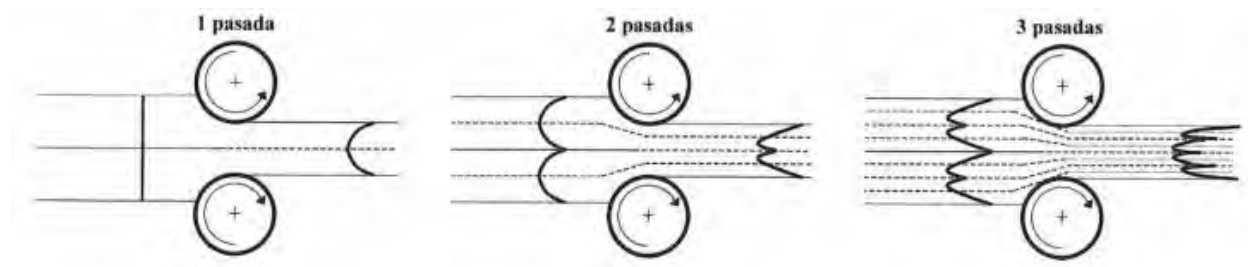


Figura 9 Evolución de la deformación con el número de ciclos en un procesado por ARB

3.3.2. Propiedades mecánicas y aplicaciones de materiales procesados por ARB

Cuando un material se deforma plásticamente se introducen dislocaciones que se mueven a lo largo de sus correspondientes sistemas de deslizamiento. Al aumentar la densidad de las dislocaciones, éstas obstaculizan el movimiento de nuevas dislocaciones, dando lugar al llamado endurecimiento por deformación. Es importante que se mantengan las dislocaciones introducidas durante la deformación para que se mantenga el endurecimiento. Por lo que no se debe provocar en el material ni restauración ni recristalización (Manrique, 2011).

Además cuando disminuye el tamaño de grano, los materiales se vuelven más resistentes, debido a que aumenta el volumen de fronteras de grano y esto dificulta el movimiento de las dislocaciones. En la Figura 10 se puede observar cómo se acumulan las dislocaciones en las fronteras de grano, dando lugar a la activación de los sistemas de deslizamiento de los granos cercanos. Si el grano es muy fino no se pueden apilar muchas dislocaciones y hay que aplicar una gran fuerza para poder deformar los granos vecinos (Manrique, 2011).

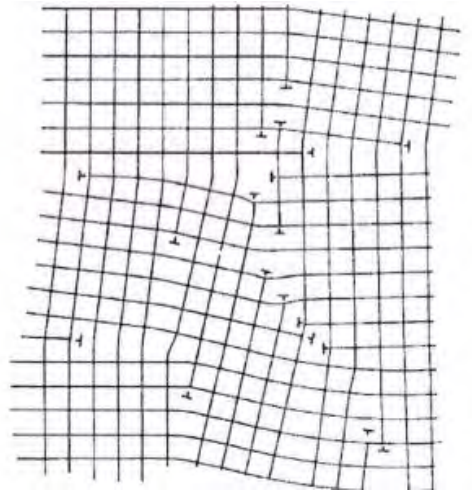


Figura 10 Esquema de conjunto de dislocaciones

Los materiales con tamaño de grano ultrafino presentan un incremento en propiedades como resistencia mecánica, dureza, tenacidad, difusividad, ductilidad a altas temperaturas (superplasticidad), etc... respecto a los materiales policristalinos con tamaño de grano de varias micras. Es por esto por lo que se busca implantar y adaptar las técnicas SPD a la industria, así como investigar formas de mejorar estas técnicas de procesamiento para obtener materiales con propiedades aún mejores y ver sus limitaciones.

Los materiales procesados por técnicas SPD presentan un aumento progresivo de la resistencia con la deformación hasta llegar a un límite a partir del cual un aumento de la deformación no supone mejora alguna en las propiedades de dichos materiales (Fig.11). Simultáneamente su ductilidad disminuye rápidamente con la deformación y se estabiliza en un valor mínimo (Fig. 11). La ductilidad se puede recuperar parcialmente con tratamientos térmicos (Azushima, 2008).

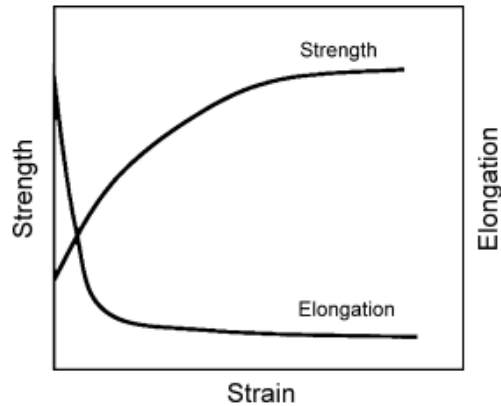


Figura 11 Curvas de resistencia y ductilidad durante el procesado por técnicas SPD

Como ya se ha comentado anteriormente los materiales procesados por SPD tienen multitud de aplicaciones en la industria, y los dos principales factores que influyen en estas son sus buenas propiedades y su capacidad de implantación. Por ello se emplean en deportes como el ciclismo, implantes, prótesis médicas, odontología, etc... En un futuro se pretende implantar en la industria automovilística, aeronáutica y naval.

3.3.3. Endurecimiento por afino de grano

Cuando disminuye el tamaño de grano los policristales se vuelven más resistentes porque aumenta el volumen de fronteras de grano que dificulta el movimiento de las dislocaciones. Se acumulan las dislocaciones en las fronteras de grano con lo que no pueden atravesarlas y se produce una activación de los sistemas de deslizamiento de los granos cercanos. Si el grano es muy fino no se pueden apilar muchas dislocaciones y hay que aplicar una gran fuerza para poder deformar los granos vecinos (Manrique, 2011).

3.4. Análisis de la textura

3.4.1. Descripción general de la textura

La textura es la orientación preferente de los granos de un material policristalino en determinadas direcciones cristalográficas. La textura queda definida si se conocen las orientaciones preferentes de los granos (indican las componentes) y la fracción de volumen de material asociada a cada una de las componentes (indican la intensidad de cada una de las componentes). El análisis de texturas tiene múltiples aplicaciones, sobre todo en relación con las propiedades anisótropas de los materiales. Se usa

en control de procesos de embutición y para el control de las propiedades óptimas en las direcciones específicas en chapas para transformadores Fe-Si. En la Figura 12 se muestran varios ejemplos típicos de textura, como la de un monocristal, un policristal, etc...

El estudio de la textura se puede realizar desde un punto de vista global mediante difracción de rayos x o difracción de neutrones, estudiando lo que se conoce como la macrotextura. Pero también se puede analizar desde un punto de vista local analizando la microtextura mediante técnicas de difracción de electrones retro-dispersados (EBSD). Está forma será en la que nos centraremos para el estudio de nuestra textura, ya que permite ver las orientaciones individuales de un número significativo de granos dentro de un área y además permite el análisis de la mesotextura, es decir, la información sobre las fronteras de grano de la zona del material que se esté analizando (Prado, 1998).

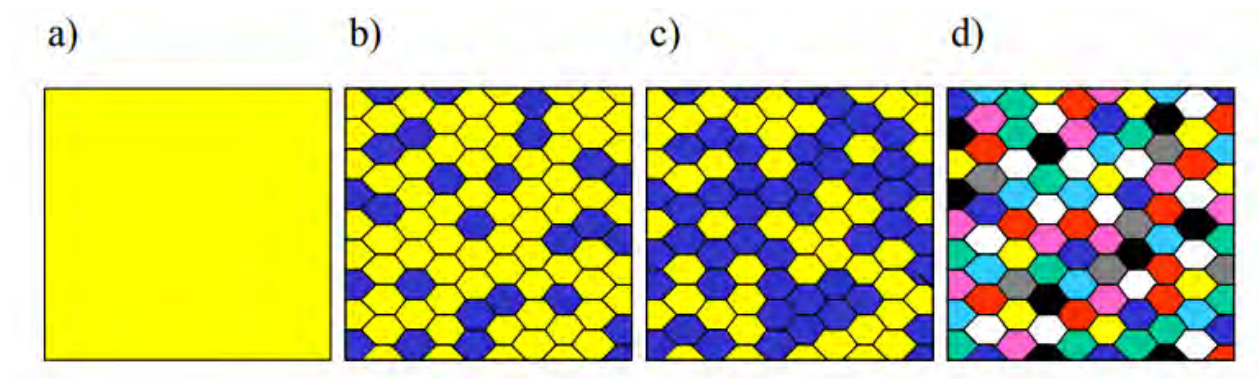


Figura 12 Ejemplo de varios tipos de texturas

Generalmente la textura se puede representar de tres formas distintas. Mediante las figuras de polos directas que muestran una serie de polos en torno a las orientaciones preferentes que marca el material texturado, dejando el resto de la superficie libre. Este método se aplica normalmente a materiales que han sido laminados, DL marca la dirección de laminación y se sitúa usualmente en la superficie, DT marca la dirección transversal y se sitúa a la derecha de la figura de polo y en el centro se encuentra la dirección normal DN tal y como se muestra en la Figura 13. Normalmente se sigue la siguiente notación $\{DN\} \langle DL \rangle$ que hace referencia a la familia de planos en primer lugar y luego a la dirección. Son representaciones de determinadas familias de planos (h,k,l), (generalmente $\{001\}$, $\{011\}$ y $\{111\}$ en materiales FCC). Algunos ejemplos típicos de aleaciones de aluminio son $\{001\}$ (orientación “cubo”), $\{011\}$ (orientación “latón”) y $\{112\}$ (orientación “cobre”) (Grajales, 2010) (Prado, 1998).

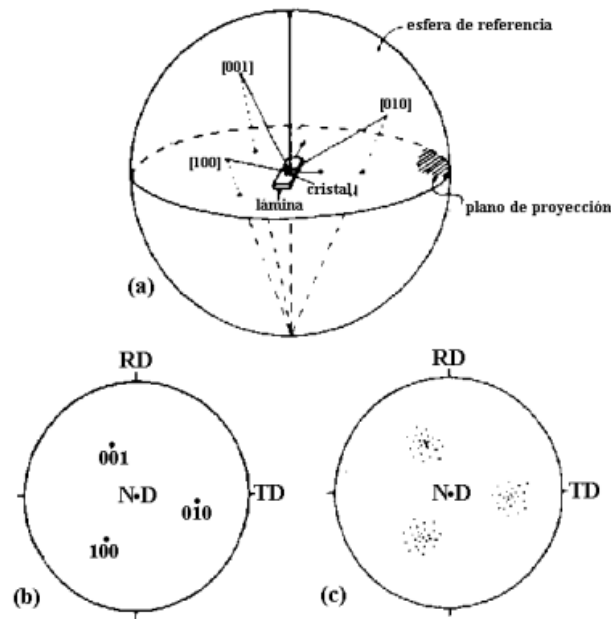


Figura 13 Esquema de figura de polos directa. Construcción de figuras de polos en proyección estereográfica. (a) Proyección de las direcciones sobre la esfera de referencia; (b) proyección de las direcciones sobre el plano ecuatorial de la esfera (polos)

Otra forma de representarlo es mediante las figuras de polos inversas (inverse pole figure, IPF) que permite conocer la cantidad de granos con orientación de la dirección cristalina paralela a una dirección de la muestra como DL, DT o DN. De esta forma podemos conocer la intensidad de la textura, por lo que son bastante útiles a la hora de profundizar en los cambios microestructurales en casos de procesados y de deformación. Estas figuras serán las que utilizemos para representar nuestra textura en el Zr, ya que son las que mejor se adaptan a nuestro caso. En la Figura 14 se muestra una figura inversa de polos (Prado, 1998).

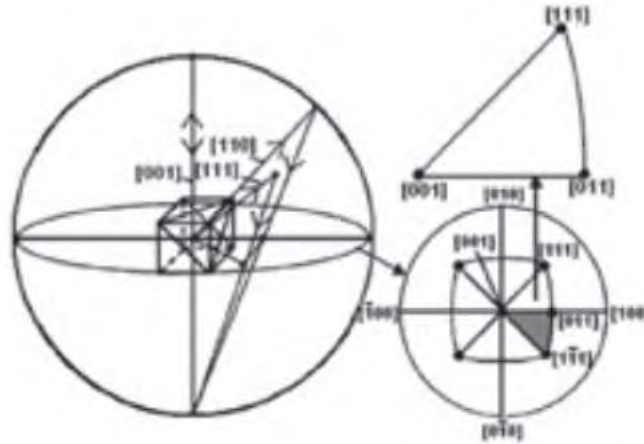


Figura 14 Esquema de una figura inversa de polos obtenida mediante una proyección estereográfica

3.4.2. Técnica de difracción de electrones retro-dispersados (EBSD) para el análisis de la microtextura

La técnica EBSD se basa en el análisis de patrones de líneas, bandas o patrones de Kikuchi que están relacionados con los parámetros de la estructura reticular de la red cristalina en la zona analizada. Estos patrones se obtienen por la difracción de electrones retro-proyectados que se captan al impactar la muestra con un haz de electrones. Muchos de los electrones impactan con los átomos de los planos atómicos favorecidos por la ley de Bragg provocando que se difracten.

Los patrones de Kikuchi nos dan información de la simetría del retículo cristalino, indicada por el patrón. El ancho y la intensidad de las bandas nos dan información del espaciado atómico de los planos cristalinos. Y los ángulos entre los patrones de Kikuchi guardan relación con los ángulos entre los planos del retículo cristalino.

Para llevar a cabo la prueba EBSD se pone primeramente la muestra preparada en el SEM o TEM orientada hacia el detector. Debe estar inclinada entre 70° y 75° respecto al haz de electrones para minimizar el recorrido que hacen los electrones y evitar su desviación, lo que facilita la difracción de electrones retro-proyectados que son captados. En la Figura 15 se muestra el montaje del sistema EBSD (Grajales, 2010).

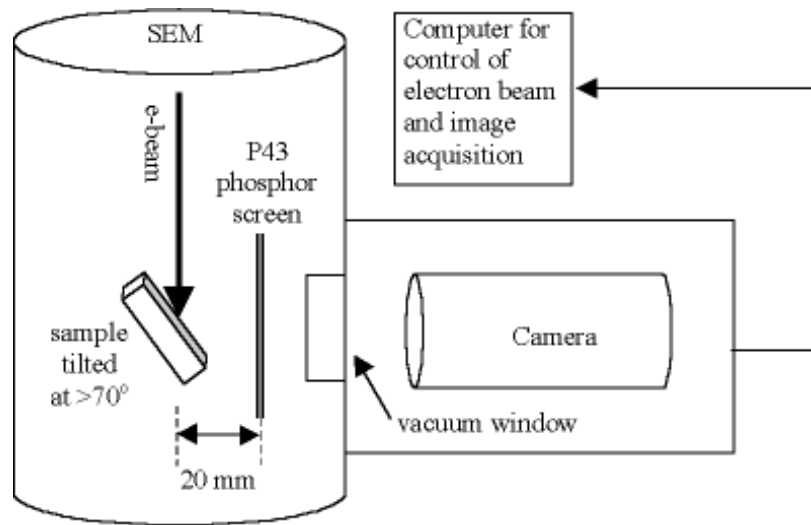


Figura 15 Esquema del sistema EBSD

Los electrones retro-proyectados que han sido difractados en los planos atómicos favorecidos por la ley de Bragg crean un par de conos tal y como se muestra en la Figura 16 o la Figura 17. Los electrones que forman los conos impactan en una pantalla de fósforo por lo que son detectados y forman las bandas o patrones de Kikuchi. Posteriormente estos son llevados a un programa que guarda los parámetros del material tipo (teórico) para ser indexados y analizados (Grajales, 2010).

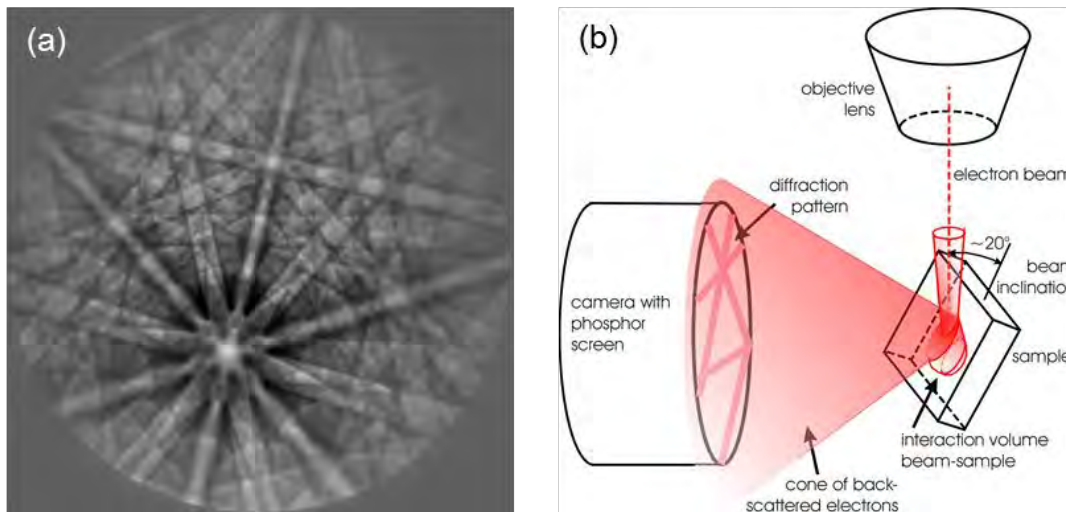


Figura 16 (a) Representación de bandas de Kikuchi; (b) Proceso de generación de bandas de Kikuchi

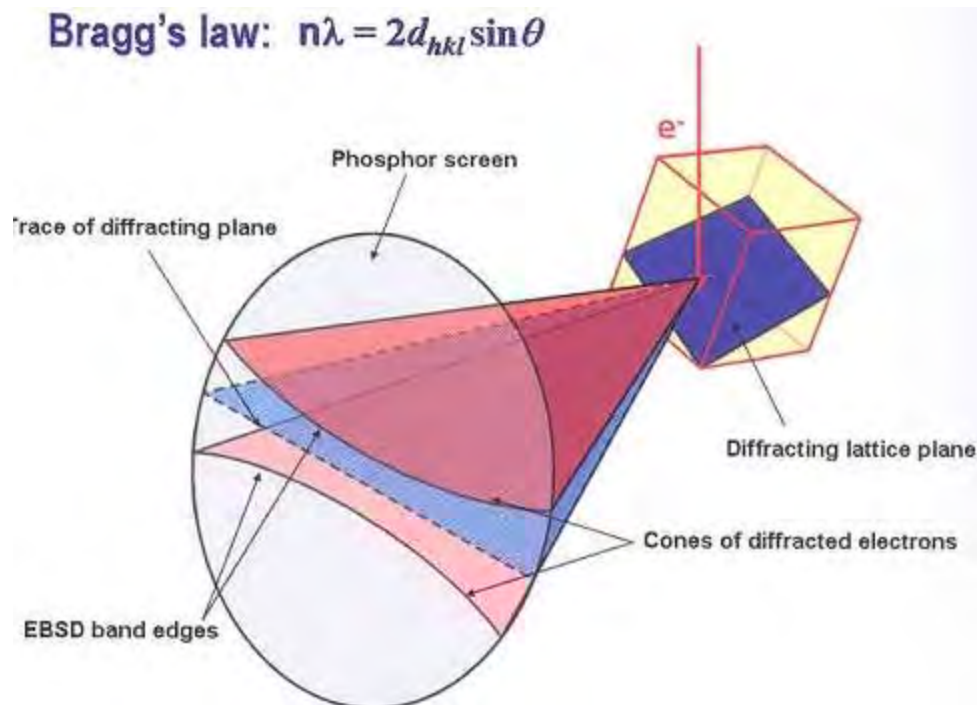


Figura 17 Conos que generan las bandas de Kikuchi

La distancia entre cada par de bandas equivale a lo que se muestra en la Ecuación 6, donde r es la distancia entre la muestra y la pantalla de fósforo, λ es la longitud de onda de los electrones retro-proyectados y d_{hkl} , es la distancia interplanar de los planos que están provocando la difracción. Si nos fijamos en la ecuación vemos que a mayor espaciamiento entre las líneas menor espaciamiento interplanar (Grajales, 2010).

$$r\lambda/d_{hkl} \quad (6)$$

Posteriormente se realiza el indexado de los patrones, que puede ser de forma automática mediante el software o de forma manual. Cabe señalar que las muestras deben estar perfectamente preparadas para evitar defectos o suciedad, para ello se pulen manual, automáticamente o de forma química o electroquímica. Además es necesario guardar las muestras en vacío para evitar la formación de óxidos y en materiales no conductores debe incluirse algo que ayude a conducir los electrones para evacuarlos de la muestra y que esta no se sobrecargue (Grajales, 2010).

3.4.3. Textura de un material HCP en un proceso ARB

La textura en metales laminados con estructura cristalina hexagonal normalmente se representa mediante los índices de Miller $\{hkil\} \langle uvw \rangle$, donde $\{hkil\}$ es el plano de laminación y $\langle uvw \rangle$ es la dirección de laminación. La correspondencia de los índices de Miller de 4 dígitos y de 3 dígitos es:

$$\begin{cases} i = -(h + k) \\ t = -(u + v) \end{cases}$$

Las direcciones de laminación que se usan normalmente de referencia son $[1\ 0\ -1\ 0]$ que es la de laminación (DL), $[0\ 1\ -1\ 0]$ que es la dirección transversal (DT) y $[0\ 0\ 0\ 1]$ que es la dirección normal (DN).

La evolución de la textura del circonio puro mediante laminado acumulativo convencional ha sido estudiada con anterioridad, y los principales resultados están recogidos en (Jiang & Pérez-Prado, 2008). Como se puede observar en la Figura 18 (a), después de un proceso de laminación en frío la dirección $[1\ 0\ -1\ 0]$ tiende a alinearse con la dirección de laminación (DL). Además se observa que el eje c se encuentra girado entre 25° y 40° respecto a la dirección normal (DN) y es paralelo al plano DN-DT. Esta textura se mantiene durante recocidos a temperaturas inferiores a 600°C . Si se realizan tratamientos térmicos con temperaturas de 600°C se produce una rotación respecto al eje c y la dirección $[1\ 1\ -2\ 0]$ se alinea con la dirección de laminación (DL). Tratamientos térmicos a temperaturas superiores dan lugar a una rotación del eje c respecto a la dirección normal (DN) (Cojocar, Raducanu, Gordin, & Cinca, 2013) (Jiang & Pérez-Prado, 2008).

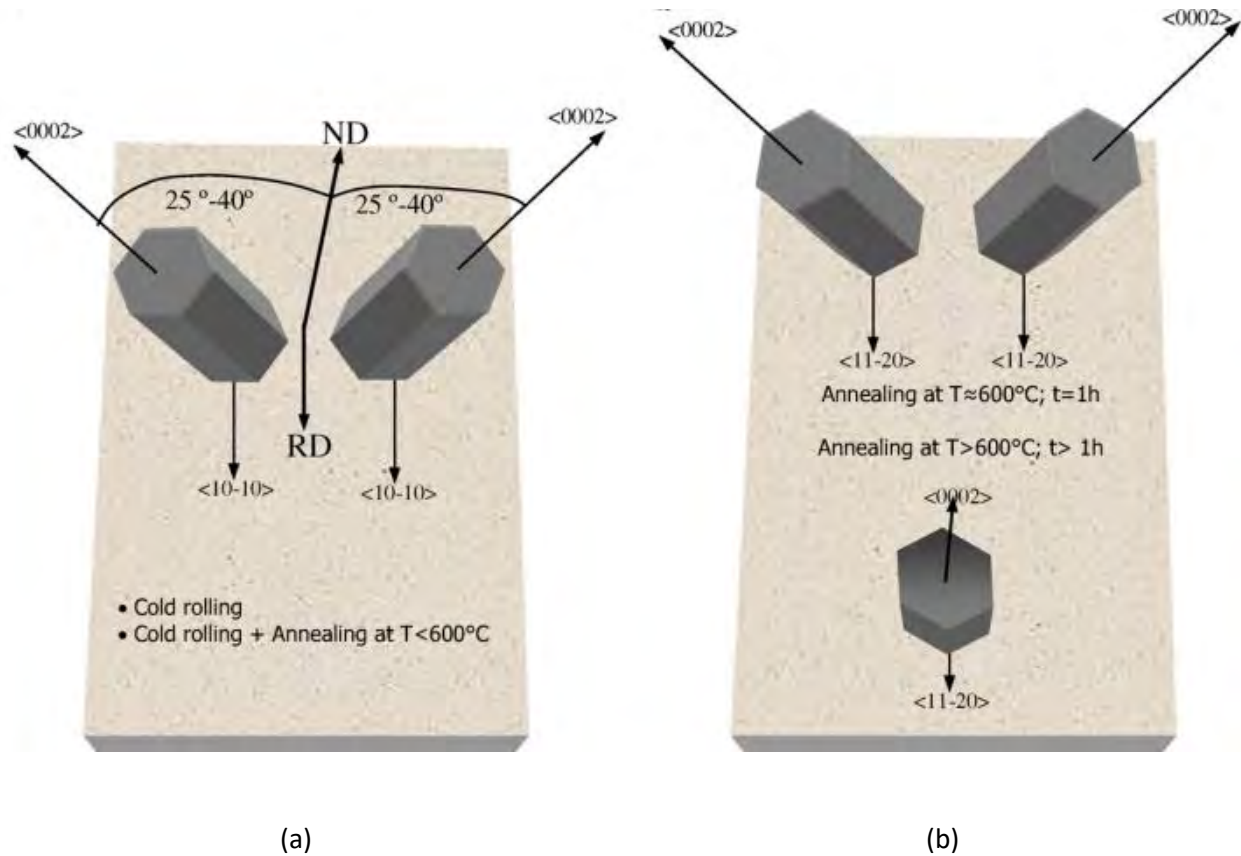


Figura 18 (a) Orientaciones de laminación en frío; (b) Orientaciones con recalentamiento hasta 600 °C

La Figura 20 (Jiang & Pérez-Prado, 2008) muestra la evolución de la microtextura del circonio puro durante un proceso de ARB. En la Figura 19 se observa la microestructura inicial del material de partida, en el cual DL tiende a ser paralela a la dirección prismática $\langle 10-10 \rangle$ y DN a $\langle 0002 \rangle$. A medida que aumenta la fracción de volumen de granos con DL paralela a $\langle 10-10 \rangle$ y tiene lugar una rotación de DN, de forma que el ángulo entre ésta y la dirección cristalina $\langle 0002 \rangle$ aumenta.

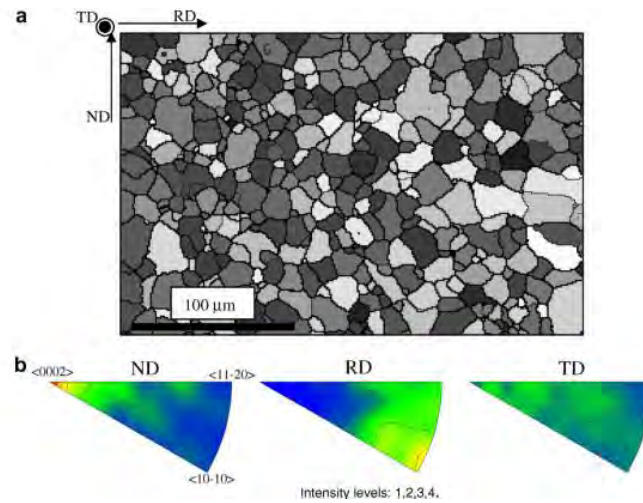


Figura 19 Microestructura inicial de Zr puro

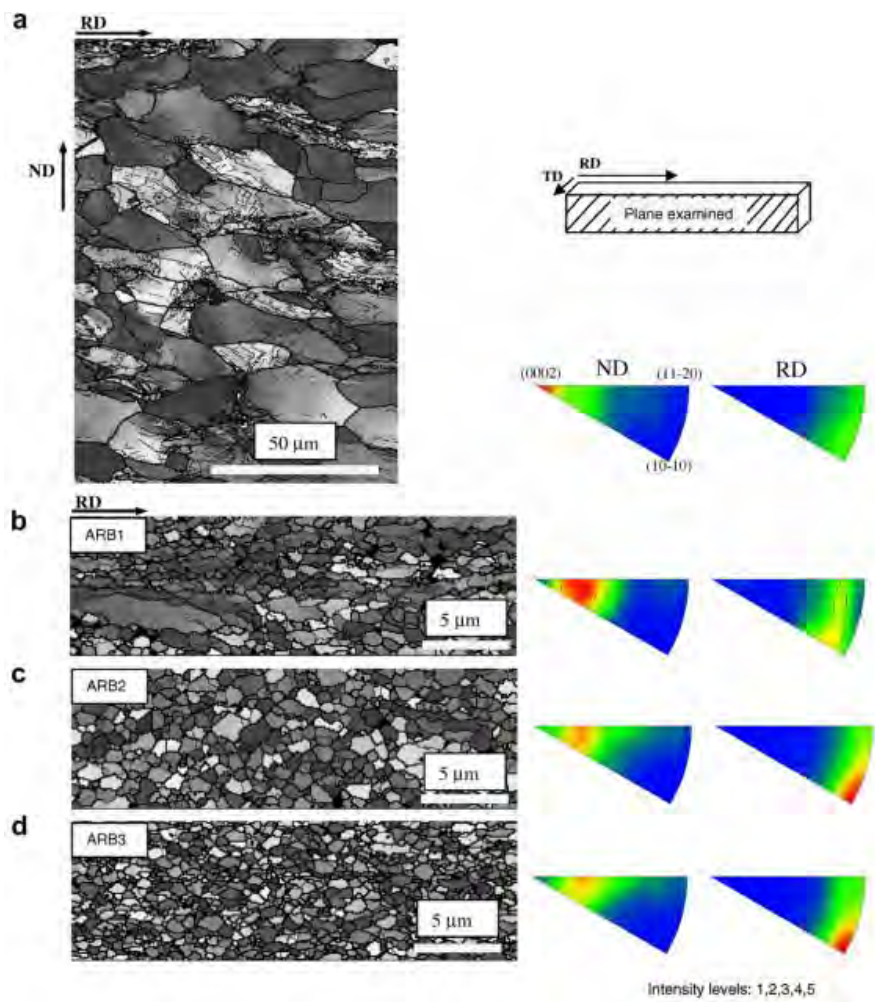


Figura 20 Evolución de la microestructura con la deformación en el plano DL-DN. a) Pre deformación ($\epsilon=0,33$); b) ARB 1 ($\epsilon=1,97$); c) ARB 2 ($\epsilon=3,61$); d) ARB 3 ($\epsilon=5,25$).

4. Procedimiento experimental

4.1. Material de partida

El material empleado en la simulación física ha sido circonio (Zr) con un alto grado de pureza (95,5% atómico de circonio (Zr) y 4,5% atómico de hafnio (Hf)). Se ha partido de chapas con forma de paralelepípedo mecanizadas a partir de una barra extruida. Las dimensiones de la muestras de partida se midieron con un calibre digital (Fig. 21). Se midió la anchura, la longitud y el espesor de las muestras. La medida del espesor se utilizará para calcular la deformación en los distintos ciclos de laminación acumulativa.



Figura 21 Medida del espesor de una de las muestras iniciales

Una vez tomadas las medidas para distintas muestras se ha realizado la media de éstas. Por lo tanto tenemos que la muestra inicial de partida tiene las dimensiones que se muestran en la Figura 22.

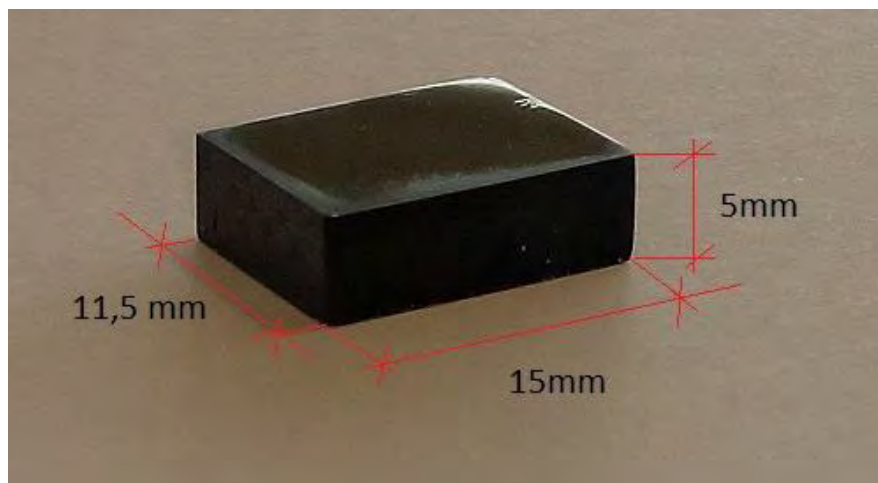


Figura 22 Dimensiones de las muestras de partida

4.2. Proceso de simulación física mediante tecnología Gleeble

Para llevar a cabo el proceso de simulación se ha empleado la máquina Gleeble 3800-GTC. Ésta permite la simulación térmica y mecánica mediante un sistema digital integrado que posibilita el control de la simulación en todo momento. Además cuenta con un software basado en Windows que permite definir los parámetros de procesamiento de las etapas consecutivas que van a ser simuladas, así como el tiempo de cada una de ellas, de forma sencilla.

El sistema de calentamiento por resistencia directa del sistema Gleeble 3800 permite calentar y enfriar las muestras a velocidades de hasta 10.000 ° C/s, así como mantener la temperatura en la superficie de las muestras. Para controlar dicha temperatura en todo momento se emplean termopares o un pirómetro de infrarrojos.

El sistema mecánico consta de un servo hidráulico completamente integrado que permite alcanzar fuerzas estáticas de compresión de hasta 20 toneladas o 10 toneladas de tensión. Además permite alcanzar velocidades de desplazamiento mayores de 2.000 mm/s. El sistema de control es versátil, de forma que el operario puede cambiar las variables de control cuantas veces quiera.

- **Especificaciones de la Gleeble 3800-GTC:**

Fuerza	Fuerza de compresión máxima	20 toneladas métricas
	Fuerza de tracción máxima - Gleeble 3800-GTC (Estándar)	10 toneladas métricas
	Fuerza de tracción máxima - Gleeble 3800-GTC-20/20	20 toneladas métricas
Carrera	Distancia máxima de carrera	125 mm
	Máxima velocidad de carrera	2.000 mm / sec
	Tarifa mínima Stroke	0.001 mm / sec
Control de temperatura	Temperatura máxima	3000 ° C
	Tasa máxima de calefacción	10 000 ° C / seg
	Tasa Máxima Amortiguamiento	10 000 ° C / seg
	Tamaño máximo del espécimen	20 mm de diámetro

Figura 23 Características y prestaciones de la Gleeble 3800 GTC

La Figura 24 muestra el sistema Gleeble 3800. Como se puede observar, en el módulo de la parte izquierda se controlan de forma digital los parámetros de procesamiento, mientras que en la parte derecha se encuentra la cámara con el sistema termo-mecánico que permite realizar los ensayos de simulación.

Este equipo suele estar conectado en circuito cerrado a un ordenador donde se programa la simulación para los ensayos.



Figura 24 Máquina Gleeble 3800 GTC

4.2.1. Simulación mediante ensayo de compresión con deformación plana

El ensayo de compresión con deformación plana (Plane strain compression testing, PSCT) se utiliza comúnmente en simulaciones físicas, sobre todo en operaciones de laminado y en simulación de procesos termo-mecánicos. Esto unido a que las plantas de laminado procesan aproximadamente el 50% de toda la producción de metales y aleaciones lo convierte en un tipo de ensayo muy empleado. En la Figura 25 se compara un proceso de laminación con la simulación mediante un ensayo de compresión con deformación plana (Mandziej, 2010).

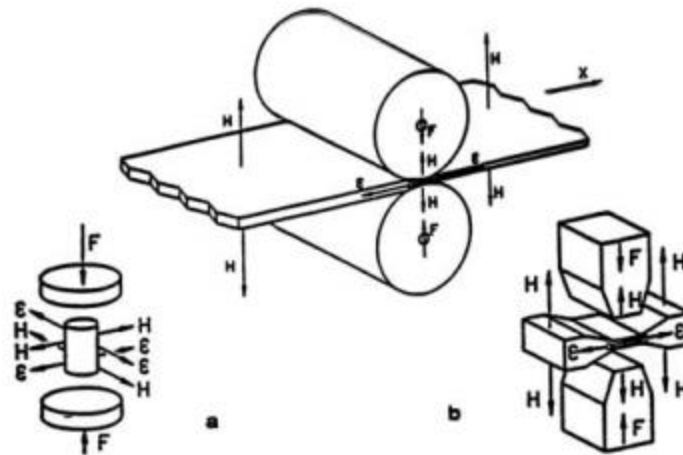


Figura 25 Comparación entre un proceso de laminación y un ensayo de compresión en deformación plana

En estos ensayos la herramienta penetra en la muestra y deforma el material provocando que se expanda en la dirección de laminación (DL) y se contraiga en la dirección normal (DN). En la Figura 26 se puede observar cómo el material solo puede fluir en la dirección de laminación (DL) por lo que la deformación solo se acumula en esta dirección. También se indica en la muestra las direcciones principales seguidas durante todo el proyecto (Fig. 26) (Drozd, et al., 2011).

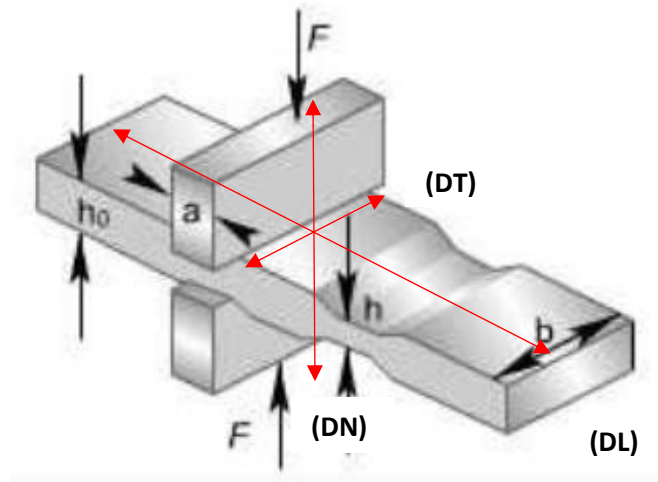


Figura 26 Sistema de direcciones empleado y esquema del ensayo de compresión utilizado

4.2.2. Esquema del proceso de simulación física

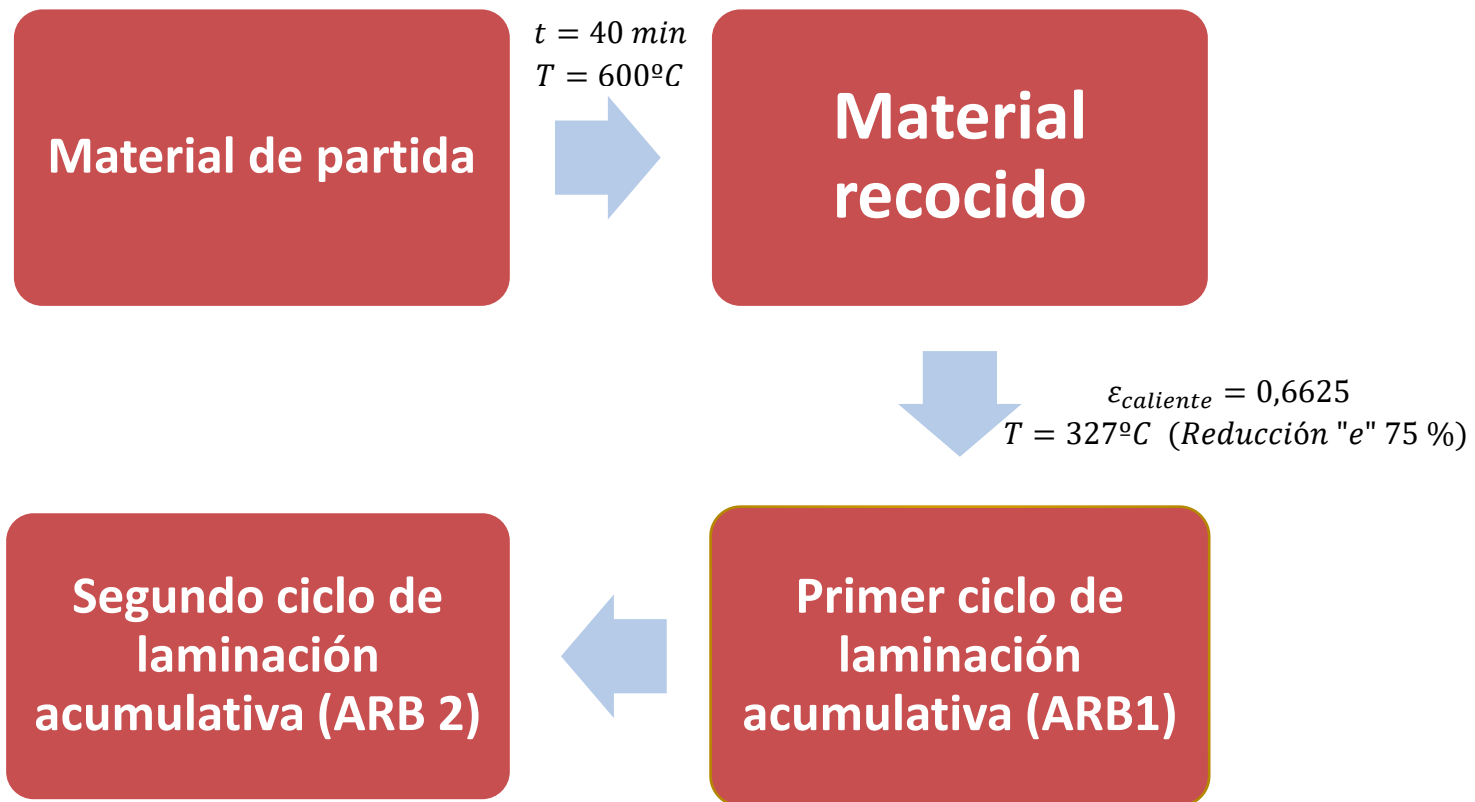


Figura 27 Esquema del proceso de simulación

4.2.3. Descripción del proceso de simulación física

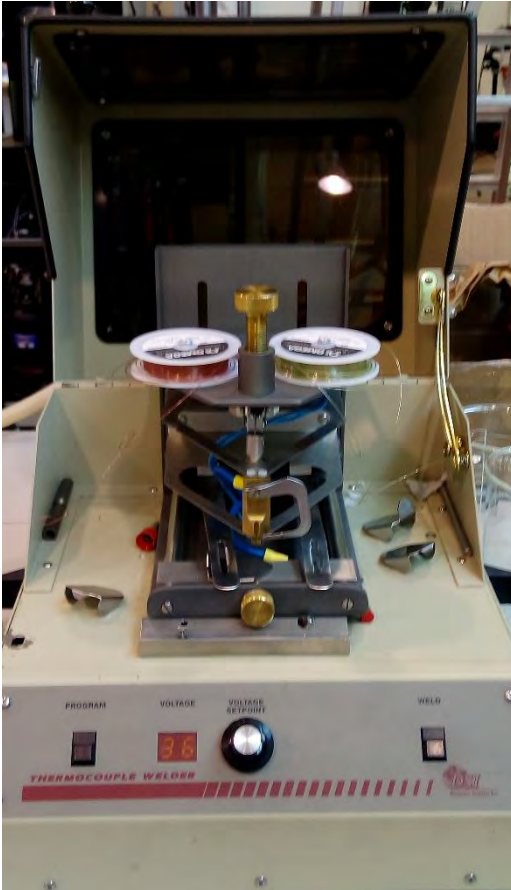
a) Etapa de recocido

En la primera etapa se ha optado por recocer el material en un horno para facilitar el procesado posterior. Se han calentado todas las muestras salvo la empleada para la caracterización del material de partida, a $T = 600^{\circ}\text{C}$ durante $t = 40 \text{ min}$. Se han escogido estas condiciones ya que están por debajo de las de recristalización según el artículo publicado (Jiang & Pérez-Prado, 2008).

Tras el recocido ha sido necesario eliminar la capa de óxido que se ha formado en las muestras, con el fin de facilitar la colocación de los termopares que permiten conocer la temperatura de la muestra en cualquier instante de la simulación física.

b) Simulación física del primer ciclo de laminación acumulativa

Primeramente se ha realizado la unión de los termopares mediante una máquina que permite soldar los extremos de éstos a la muestra. El voltaje empleado en la máquina ha sido entre 35V y 40V. En las Figuras 28 (a) y 28 (b) pueden verse los termopares utilizados.



(a)

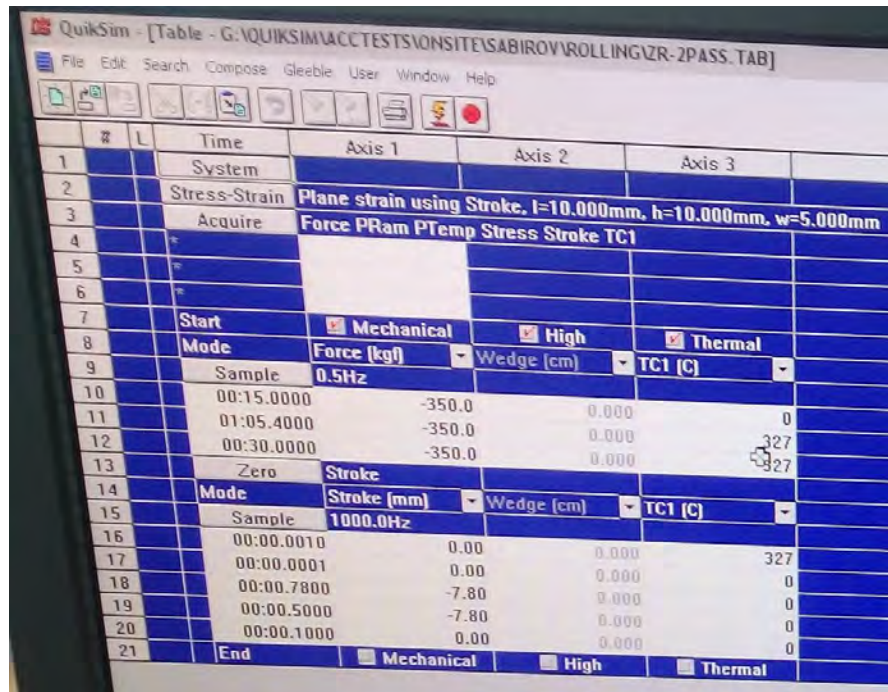


(b)

Figura 28 (a) Máquina empleada para fundir los termopares; (b) Termopares empleados para controlar la temperatura

Para el primer ciclo de ARB se apilaron dos muestras. El espesor total del apilamiento fue, por lo tanto, 10 mm. Durante el laminado el espesor del apilamiento se redujo a 2,7 mm, lo que equivale a una reducción del espesor de un 73%, muy próximo al 75% que buscábamos simular. Para lo que se estableció primero un aumento de la carga hasta -25.725 kN en un tiempo de 15 s. Posteriormente se ha aumentado la temperatura hasta 327°C y la fuerza hasta -111.475 kN . Finalmente se ha aumentado la carga hasta -162.925 kN .

El programa empleado para realizar la simulación ha sido el QuikSim. En este se han establecido las fuerzas y las temperaturas de actuación, así como los tiempos de aplicación de éstas. En la Figura 29 pueden observarse estos parámetros, así como la frecuencia de aplicación de la carga.



#	L	Time	Axis 1	Axis 2	Axis 3
1		System			
2		Stress-Strain	Plane strain using Stroke. l=10.000mm, h=10.000mm, w=5.000mm		
3		Acquire	Force PRam PTemp Stress Stroke TC1		
4	*				
5	*				
6	*				
7		Start	<input checked="" type="checkbox"/> Mechanical	<input checked="" type="checkbox"/> High	<input checked="" type="checkbox"/> Thermal
8		Mode	Force (kgf)	Wedge (cm)	TC1 (C)
9		Sample	0.5Hz		
10		00:15.0000	-350.0	0.000	0
11		01:05.4000	-350.0	0.000	327
12		00:30.0000	-350.0	0.000	327
13		Zero	Stroke		
14		Mode	Stroke (mm)	Wedge (cm)	TC1 (C)
15		Sample	1000.0Hz		
16		00:00.0010	0.00	0.000	327
17		00:00.0001	0.00	0.000	0
18		00:00.7800	-7.80	0.000	0
19		00:00.5000	-7.80	0.000	0
20		00:00.1000	0.00	0.000	0
21		End	<input checked="" type="checkbox"/> Mechanical	<input checked="" type="checkbox"/> High	<input checked="" type="checkbox"/> Thermal

Figura 29 Parámetros empleados para el primer ciclo de ARB

Cabe destacar que se ha ajustado el tiempo de aplicación de la temperatura ($T = 327^{\circ}\text{C}$) en varias ocasiones ya que se producían problemas de rotura. En la Figura 30 (a) se pueden observar algunos de los intentos fallidos de simulación. Finalmente se encontraron los parámetros óptimos y la simulación resultó satisfactoria. La muestra obtenida puede observarse en la Figura 30 (b).



(a)



(b)

Figura 30 (a) Intentos de simulación fallidos; (b) Muestra procesada por simulación de ARB1 satisfactoriamente ($e=2,7\text{mm}$)

Es importante añadir que una vez encontrados los parámetros óptimos se repitió el proceso varias veces con el objetivo de obtener muestras para el segundo ciclo de ARB y en todas se produjo el procesado de forma correcta.

En la Figura 31 puede observarse la muestra preparada para ser procesada en la cabina de la Gleeble 3800 GTC.

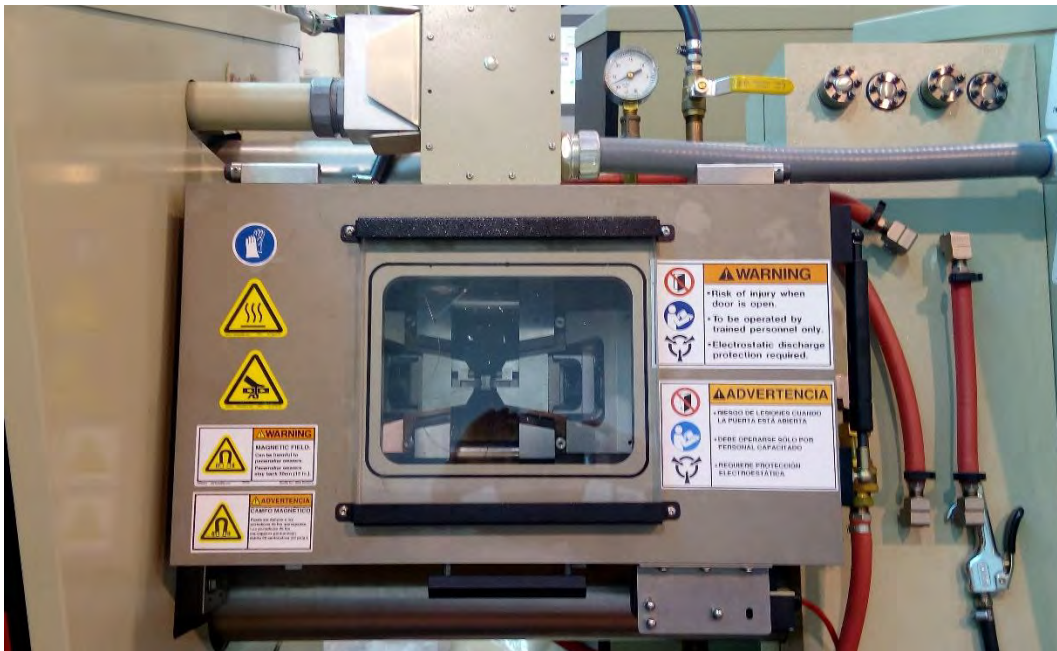


Figura 31 Muestra preparada para la simulación en la Gleeble 3800

c) Simulación del segundo ciclo de laminación acumulativa

En primer lugar se soldaron los termopares a las muestras. Posteriormente se prepararon diversas muestras mediante la simulación del primer ciclo de ARB con la intención de tener suficientes para realizar varios intentos, ya que era de esperar que el segundo ciclo fuera más problemático debido a los pequeños espesores que se debían alcanzar y a la alta deformación aplicada.

Las muestras procesadas mediante un ciclo de ARB fueron cortadas para dejarlas a la misma longitud aproximadamente y se lijó la superficie para dejar las caras paralelas. Para realizar el procesado se apilaron dos muestras de 2,45 mm y 2,44 mm de espesor. El espesor del apilamiento fue, por tanto, 4,89 mm. Se aplicó una reducción en el espesor de 69%, con lo que el espesor final se redujo a 1,52 mm.

Para establecer los parámetros de simulación se ha partido de los empleados en el primer ciclo. En la Figura 32 se pueden observar los parámetros que se han establecido para el segundo ciclo.

#	L	Time	Axis 1	Axis 2	Axis 3
1		System			
2		Stress-Strain	Plane strain using Stroke, l=10.000mm, h=10.000mm, w=3.200mm		
3		Acquire	Force PRam PTemp Stress Stroke TC1		
4					
5					
6					
7		Start	<input checked="" type="checkbox"/> Mechanical	<input checked="" type="checkbox"/> High	<input checked="" type="checkbox"/> Thermal
8		Mode	Force (kgf)	Wedge (cm)	TC1 (C)
9		Sample	0.5Hz		
10		00:15.0000	-400.0	0.000	0
11		01:05.4000	-400.0	0.000	327
12		00:30.0000	-400.0	0.000	327
13		Zero	Stroke		
14		Mode	Stroke (mm)	Wedge (cm)	TC1 (C)
15		Sample	1000.0Hz		
16		00:00.0010	0.00	0.000	327
17		00:00.0001	0.00	0.000	0
18		00:00.3699	-3.68	0.000	0
19		00:00.5000	-3.68	0.000	0
20		00:00.1000	0.00	0.000	0
21		End	<input type="checkbox"/> Mechanical	<input type="checkbox"/> High	<input type="checkbox"/> Thermal

Figura 32 Parámetros empleados para el segundo ciclo de ARB

La muestra obtenida en la simulación física del segundo ciclo de ARB puede observarse en la Figura 33. Tiene 11,3 mm de longitud, 9 mm de ancho y 1,52 mm de espesor.



Figura 33 Muestra procesada por simulación de ARB2

4.3. Caracterización de la Microestructura

La caracterización microestructural se ha llevado a cabo mediante distintas técnicas, aunque la más empleada ha sido la técnica de difracción de electrones para el análisis de la microtextura (EBSD). En este caso ha sido necesario preparar la muestra previamente, para lo cual se ha empleado microscopía óptica (MO) con el objetivo de realizar un seguimiento y verificar la correcta preparación de la superficie de las muestras.

4.3.1. Preparación de las muestras

La preparación lleva asociada una serie de operaciones que se explican a continuación. Cabe destacar que las operaciones de corte por hilo y embutición solo han sido necesarias en la preparación de las muestras procesadas y no en las muestras de partida o recocidas.

a) Corte por hilo:

Mediante la cortadora de hilo se ha eliminado la parte sobrante de las muestras procesadas que ha quedado deformada y no estaba en contacto con las mordazas de la Gleeble 3800. Así mismo, una vez eliminados los bordes sobrantes se ha empleado dicha máquina para cortar una pieza de aproximadamente 3 mm de longitud de la muestra procesada para embutirla y realizar el resto de operaciones con el fin de emplear la técnica de difracción de electrones retro-dispersados (EBSD).

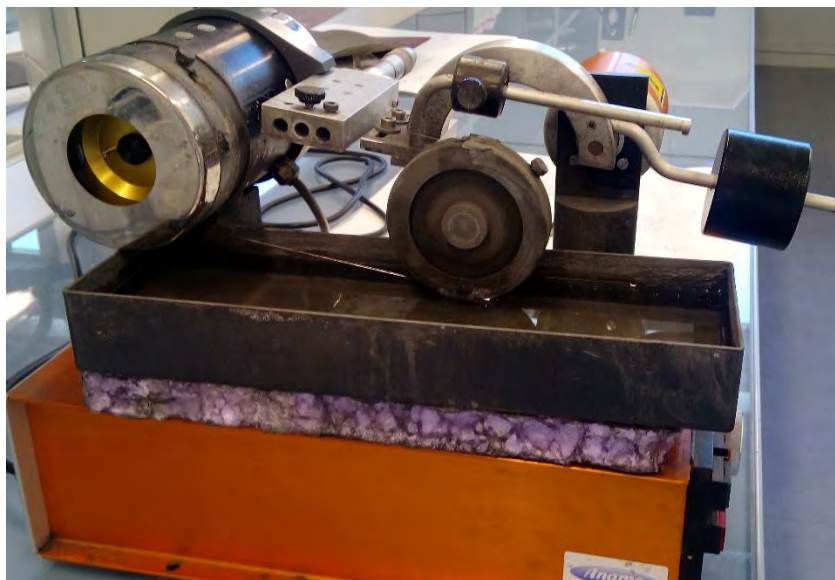


Figura 34 Cortadora de hilo empleada para preparar las muestras

b) Embutición:

Se ha empleado una embutidora Buehler *SimpliMet™ 2 Mounting Press* que se muestra en la Figura 36. La embutición se realiza porque tras cortar los restos deformados con la cortadora de hilo queda una sección de la muestra demasiado pequeña para ser pulida y lijada de forma manual. Es necesario el uso de baquelita conductora para que la muestra no se sobrecargue de electrones al realizar la caracterización mediante difracción de electrones (EBSD), ya que una sobrecarga podría llevar a la obtención de resultados poco claros tras el análisis.



Figura 35 Resina conductora empleada para la preparación de las muestras



Figura 36 Embutidora Buehler SimpliMet™2 Mounting Press

c) Lijado:

Para preparar las superficies de las muestras se han empleado lijas de SiC de distintos tamaños de grano (Fig. 37). Los tamaños de partícula de las lijas empleadas son 320, 600, 1200 y 2000 respectivamente. Cabe destacar que en las muestras iniciales solo ha sido necesario emplear la lija de 2000 ya que la superficie inicial no presentaba surcos muy profundos y estaba relativamente limpia. En el caso de las muestras recocidas ha sido necesario eliminar la capa superficial de óxido que se ha formado como consecuencia del tratamiento térmico.

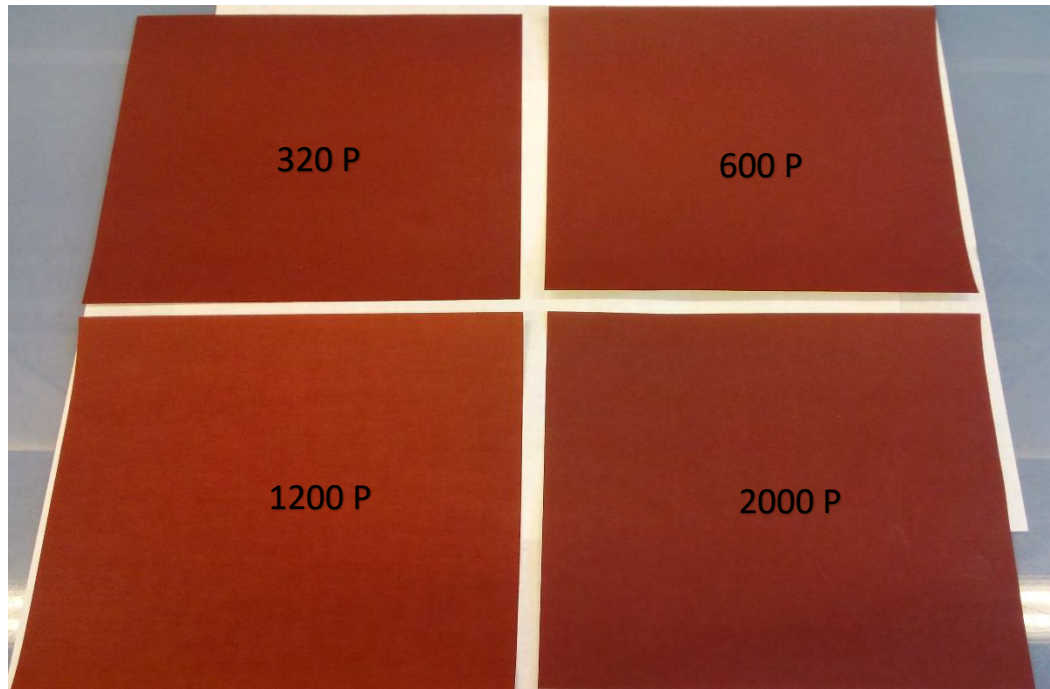
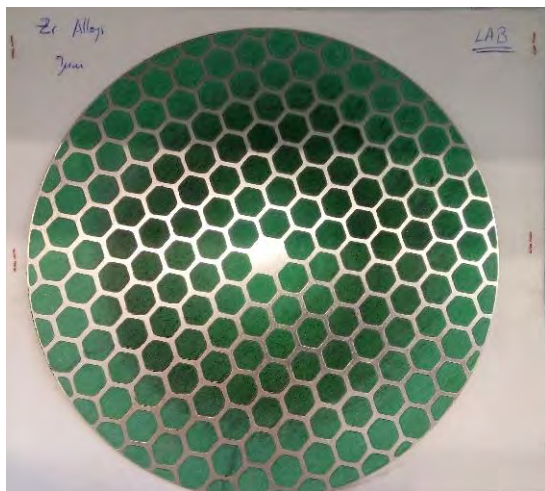


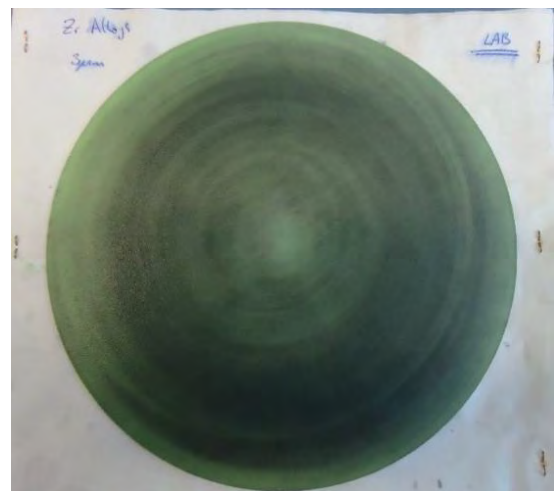
Figura 37 Lijas de distintos tamaños de partículas

d) Pulido:

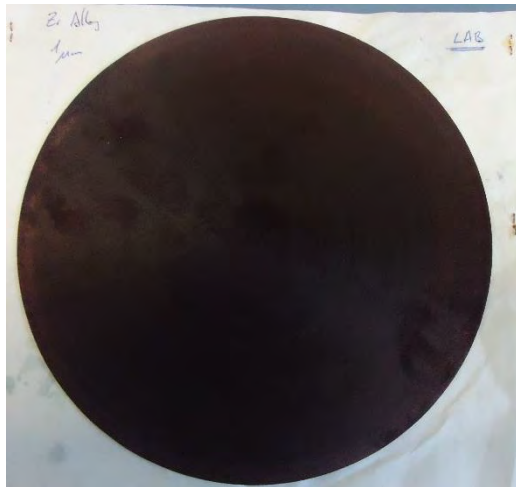
Posteriormente se han utilizado paños de pulido para reducir aún más la deformación superficial e intentar conseguir una superficie lo más espejada posible. Se utilizó una pulidora manual. Después de cada uno de los pasos de pulido se utilizó el microscopio óptico para comprobar el estado de la superficie. Se emplearon paños de 9, 3, 1 y 0,4 μm (Figura 38 (a), (b), (c) y (d)).



(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 38 (a) Paño de 9 μm ; (b) Paño de 3 μm ; (c) Paño de 1 μm ; (d) Paño de 0,04 μm OP-S



Figura 39 Pulidora empleada para preparar las muestras

e) Ataque químico:

Finalmente se realizó un ataque químico con el objetivo de eliminar las últimas capas superficiales de deformación. Para ello se empleó una solución de ácido nítrico (45% en volumen), agua destilada (45% en volumen) y ácido fluorhídrico (10% en volumen). Los ataques se realizaron tomando un volumen total de 50ml, dentro de una campana de extracción.



Figura 40 Ácido nítrico y ácido fluorhídrico

Tras el ataque fue necesario lavar la muestra con agua corriente durante al menos 20 minutos para interrumpir de forma definitiva la actuación del ácido fluorhídrico sobre la superficie. Para el aclarado se ha utilizado el elemento de sujeción que se puede observar en la Figura 41.

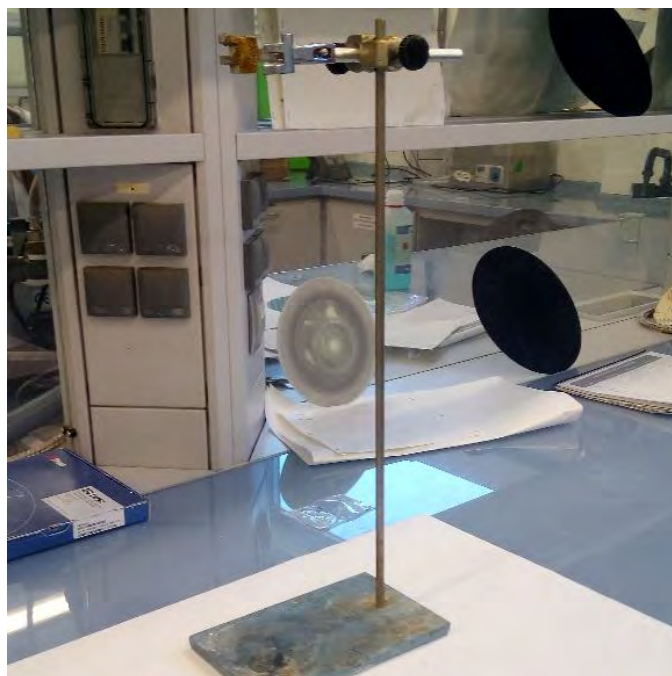


Figura 41 Elemento de sujeción para el aclarado de la muestra

4.3.2. Difracción de electrones retro-dispersados (EBSD)

Se ha empleado un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo de doble haz (FIB-FEGSEM, Helios NanoLab 600i, FEI) (Fig. 42) completamente equipado con un detector STEM, microanálisis de rayos X (EDS) y difracción de electrones retro-dispersados (EBSD). El sistema también permite la preparación de muestras para TEM, micro-mecanizado y creación de patrones mediante “milling”.

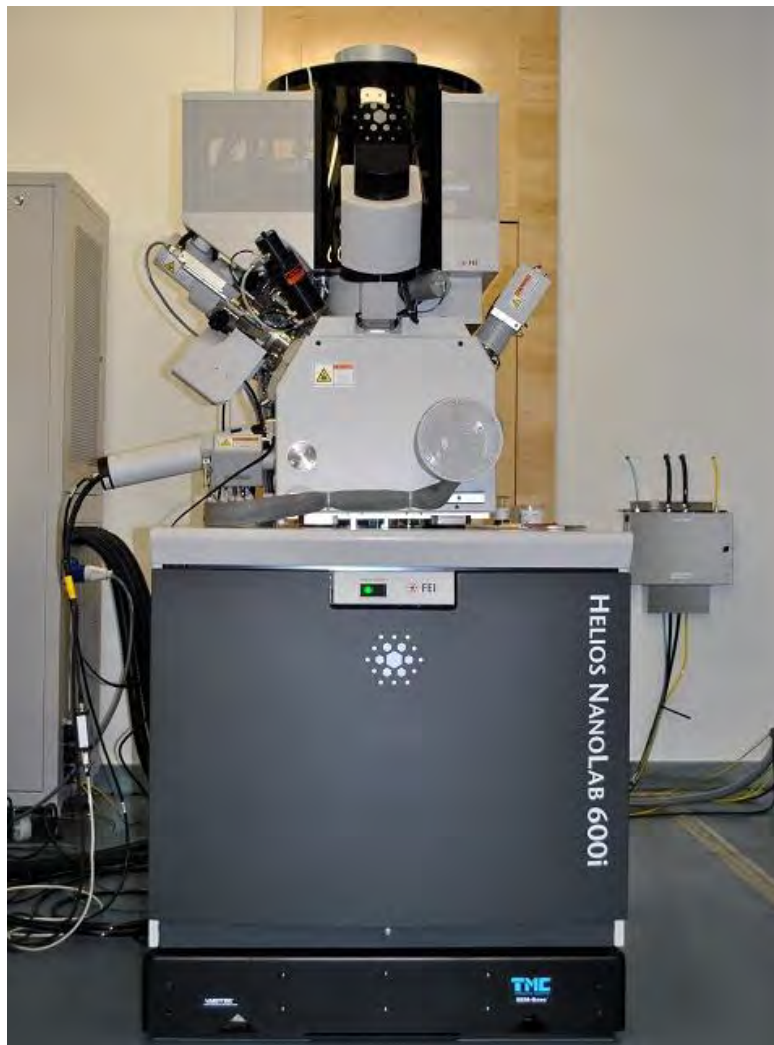


Figura 42 FIB-FEGSEM (Helios NanoLab 600i, FEI) empleado para la realizar pruebas EBSD y preparación de la lámina del TEM

Se empleó pegamento de plata o tiras de carbono para pegar la muestra al porta-muestras con el fin de facilitar la evacuación de los electrones y evitar que la muestra se cargue. Como software de control para establecer los parámetros del microscopio y manejarlo se ha utilizado el AZtechKL de Oxford Instruments. Es un software flexible y sencillo que permite establecer los parámetros del material, de la geometría y del microscopio.

a) Parámetros microestructurales

En este apartado se introduce qué tipo de material se va a estudiar y cuál es su red cristalina. En nuestro caso es circonio puro y tiene una red HCP (Hexagonal compacta).

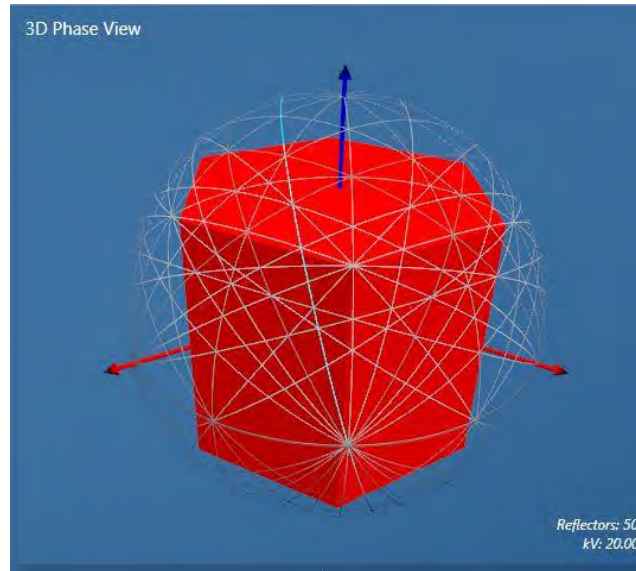


Figura 43 Red HCP

b) Parámetros geométricos

Se introduce el plano en el que se va a realizar la medida y se marca el sistema de referencia: dirección normal (DN), dirección transversal (DT) y dirección de laminación (DL).

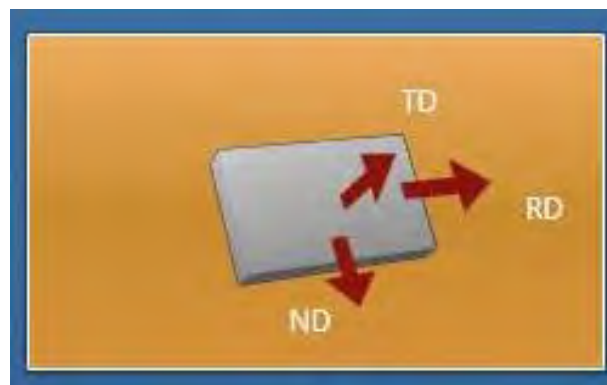


Figura 44 Sistema de coordenadas de la muestra

c) Parámetros del microscopio

Se indica el paso del haz, los aumentos del detector, así como la intensidad de corriente y el voltaje del haz de electrones. En nuestro caso, como norma general empleamos un paso de $0,25\ \mu\text{m}$ y 800 aumentos, aunque en algunas zonas muy deformadas se redujo el paso a $0,10\ \mu\text{m}$. El voltaje y la corriente del haz de electrones fueron 20 kV y 1,4 mA, respectivamente.

d) Obtención de la microtextura

Una vez obtenidos los resultados mediante difracción de electrones retro-dispersados se ha empleado el Channel V, software que permite la limpieza del mapa original y la obtención de varios mapas en función de parámetros como el ángulo de las fronteras de borde de grano o las distintas direcciones de alineación de los granos. En nuestro caso se han realizado varios mapas a través del espesor de la muestra procesada con el objetivo de ver cómo evolucionaba el tamaño de grano conforme aumentaba la deformación. Se han empleado los módulos “Tango” y “Mambo” del programa Channel V para analizar los mapas de granos y de texturas respectivamente.



Figura 45 Channel V, programa utilizado para analizar los resultados obtenidos por EBSD

Se ha analizado la microestructura del material de partida, del material recocido y del material procesado para el ciclo 1 y ciclo 2 a través del espesor.

4.3.3. Microscopía electrónica de transmisión (TEM)

Se utilizó un microscopio electrónico de transmisión y barrido con fuente de emisión de campo, FEG S/TEM (Talos F200X, FEI), para observar la microestructura de las muestras más deformadas que, dado su pequeño tamaño de grano, no pudieron ser caracterizadas de forma adecuada mediante EBSD. La Figura 46 muestra un esquema de un microscopio de transmisión con todos sus elementos.

Para ello se micro-mecanizó una lámina del material que se pretendía caracterizar utilizando el haz de iones del microscopio electrónico de barrido de doble haz. En la siguiente sección se describe el proceso de micro-mecanizado de la lámina. Para introducir la muestra en el TEM se preparó en un “grid” que se inserta dentro del microscopio mediante un porta-muestras. Para asegurar que el proceso de vacío en el interior de la columna del microscopio es adecuado se realiza en dos etapas: una primera en la que se hace vacío en el conector y una segunda en la que tras asegurar el vacío en el conector hace vacío en la columna vertical del TEM mediante la apertura de una válvula que los mantenía aislados.

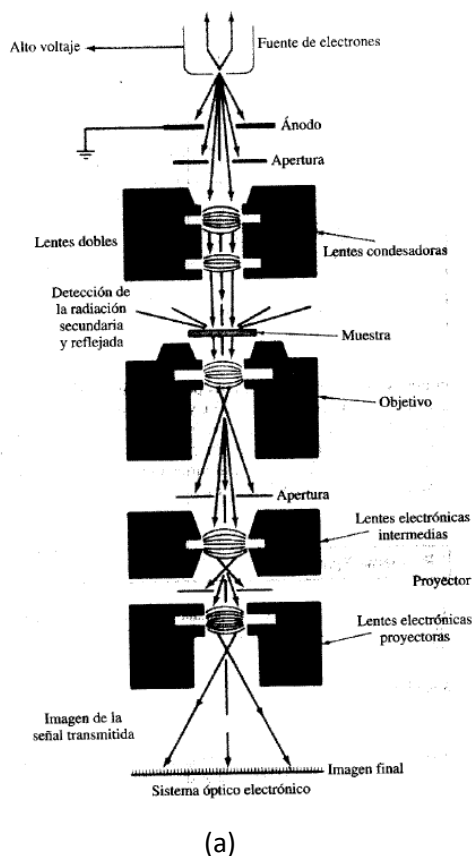


Figura 46 (a) Esquema de un microscopio de transmisión (TEM); (b) Microscopio de transmisión empleado para la obtención de la microestructura de la muestra deformada

4.3.4. Micro-mecanizado de una lámina para microscopía de transmisión.

Se ha utilizado un cañón de iones de Ga disponible en el microscopio electrónico de barrido de doble haz para micro-mecanizar la lámina delgada. El proceso se ha controlado mediante cuatro pantallas (Fig. 47): la primera (arriba, izquierda) muestra una micrografía obtenida mediante difracción de electrones; la segunda (arriba, derecha) presenta una imagen obtenida mediante el haz de iones; la tercera (abajo, derecha) refleja la imagen real y permite controlar la altura de la muestra; por último la cuarta (abajo, izquierda) muestra una imagen de referencia de la posición de la muestra.

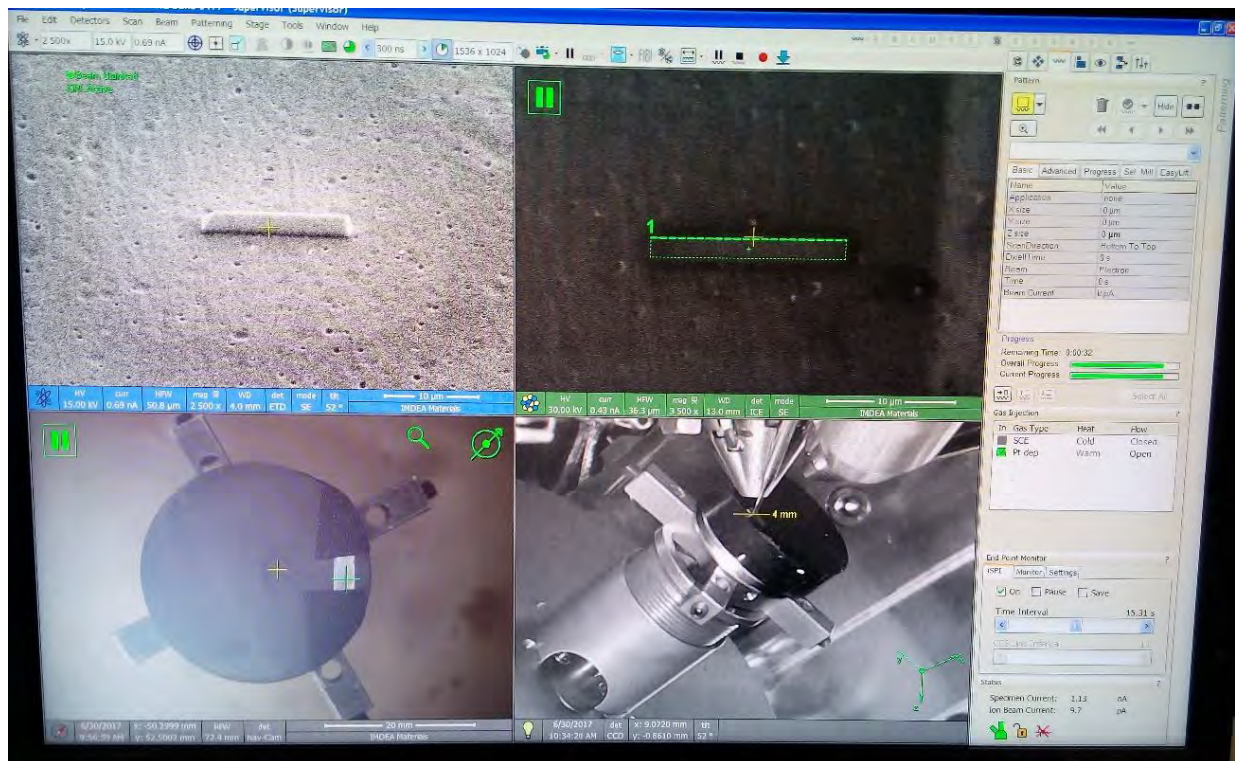


Figura 47 Imagen del FIB mostrando la deposición de platino para el micromecanizado de una lámina

a) Cálculo de la altura eucéntrica y deposición de platino.

Se ha tomado un punto de referencia y se ha ido girando la muestra de forma que para los distintos ángulos escogidos ese punto quedase en el centro de la pantalla, así hasta llegar hasta los 52° que es donde se encuentra el cañón de iones, de esta forma la imagen que tenemos estará orientada correctamente respecto al cañón.

Posteriormente se ha seleccionado una zona para obtener la lámina y se ha depositado platino con el objetivo de proteger la superficie de esta. La deposición puede realizarse con electrones de forma más lenta pero menos abrasiva para la lámina, o mediante iones más rápidamente pero más abrasiva. La corriente con la que debe depositarse el platino debe ser equivalente a 6 veces el área de deposición. Se ha empleado una corriente de $I=0,43\text{nA}$.

b) Vaciado y obtención de la lámina

Para obtener la lámina se elimina material con el cañón de iones de la parte superior e inferior de la superficie donde se ha depositado el platino hasta obtener una profundidad aceptable para sacar la lámina, tal como se observa en la Figura 48. En este caso se le ha dado una profundidad de $20\text{ }\mu\text{m}$.

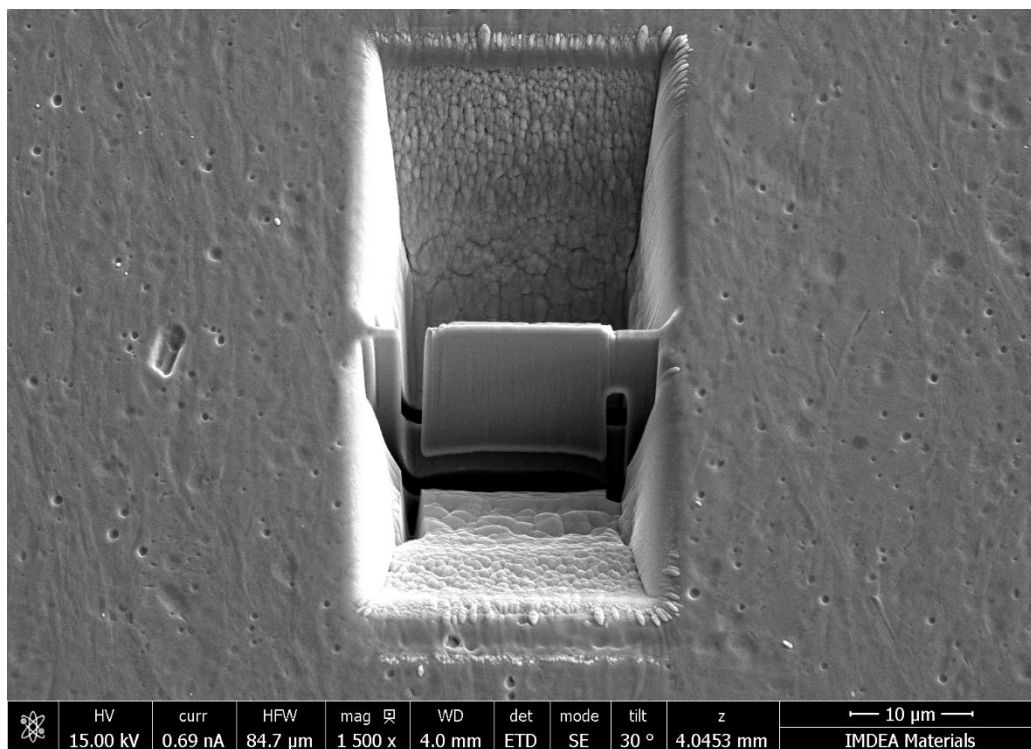


Figura 48 Lámina micro-mecanizada para su estudio en el TEM

Dado que el cañón de iones elimina cada vez menos material a medida que aumenta la profundidad del vaciado fue necesario realizar varias pasadas para eliminar las capas más profundas de material. Para poder eliminar el material sobrante en ambos laterales se le ha sumado y restado $1,5^\circ$ a los 52° del cañón para obtener las vistas de ambos lados de la lámina a $53,5^\circ$ y $50,5^\circ$, respectivamente.

c) Adelgazamiento de la lámina

A continuación la lámina con platino se pega a una aguja y se coloca en un porta-muestras donde se reduce su espesor hasta obtener el adecuado para que los electrones del microscopio de transmisión pasen a través de él. Se utilizó una tensión de 30 kV para las primeras pasadas con el cañón de iones, y 5kV para pasadas posteriores. El adelgazamiento se realizó de forma simétrica a ambos lados de la lámina. El proceso se puede apreciar en la Figura 49.

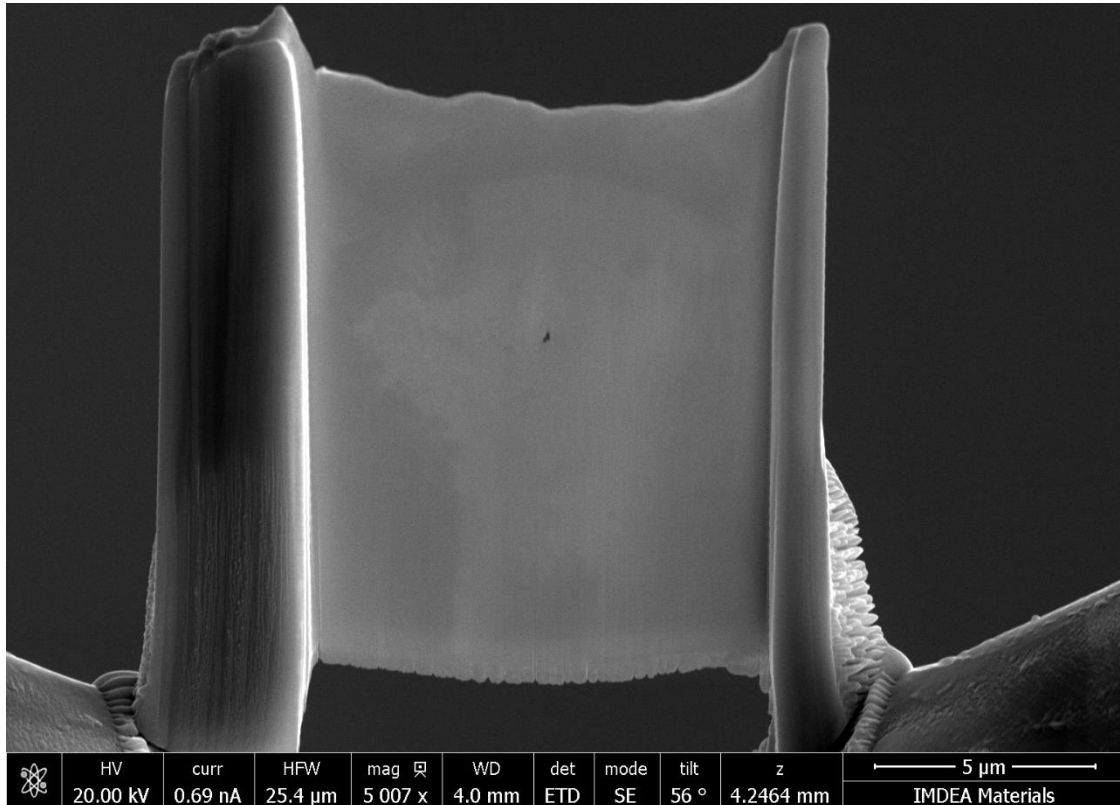


Figura 49 Proceso de adelgazamiento de la lámina para su observación en el TEM

5. Resultados y discusión

En este apartado se muestran los resultados obtenidos al analizar la microtextura mediante la técnica EBSD de difracción de electrones. El estudio de la microtextura del Zr obtenido en cada uno de los pasos de la simulación es fundamental para poder compararla con la obtenida en un proceso de laminación acumulativa convencional.

Cabe destacar que los mapas se han obtenido con fronteras de grano con límites de 3° a 15° y la textura se ha obtenido mediante figuras inversas de polos tomando como referencia la leyenda de la Figura 50.

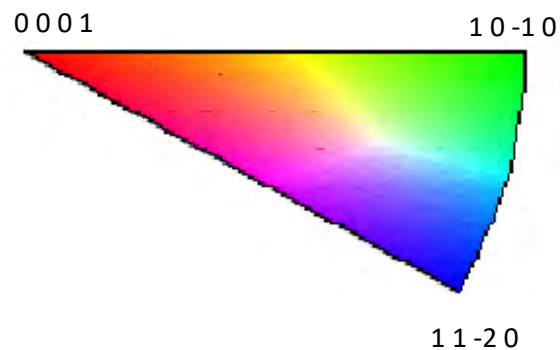
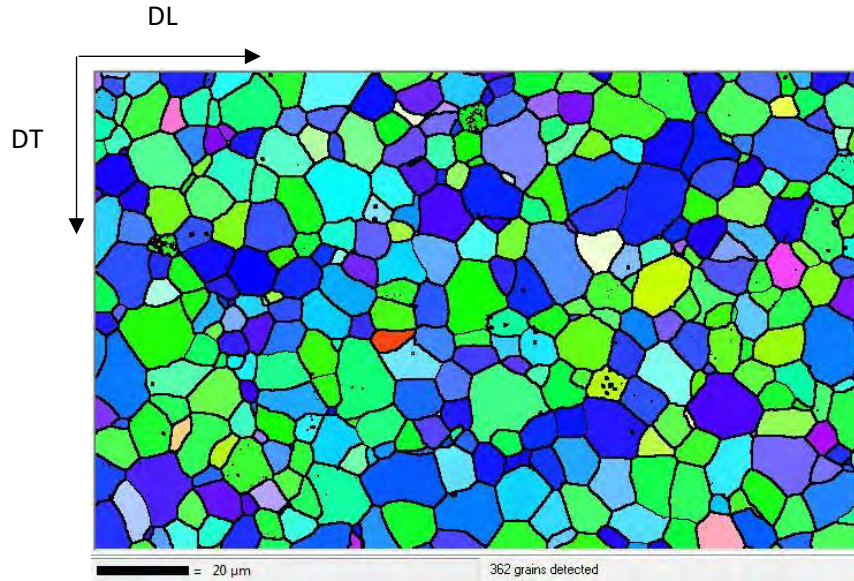


Figura 50 Leyenda utilizada para la interpretación de las figuras inversas de polos

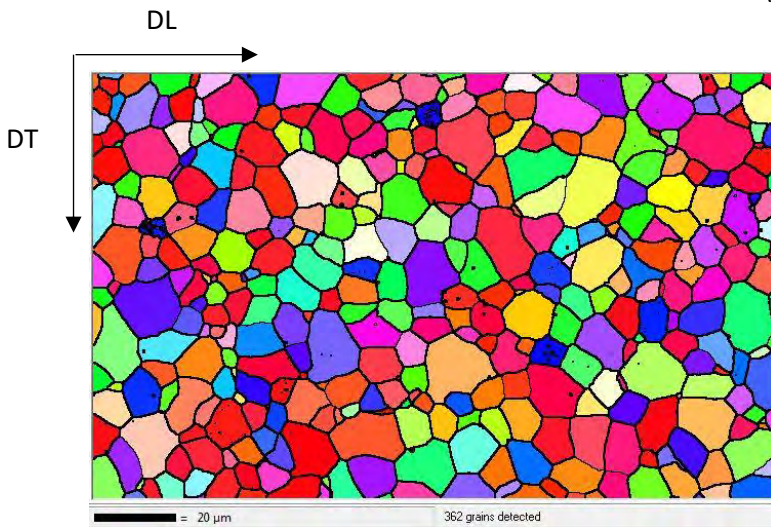
5.1. Microestructura del material de partida

5.1.1. Plano DL-DT.

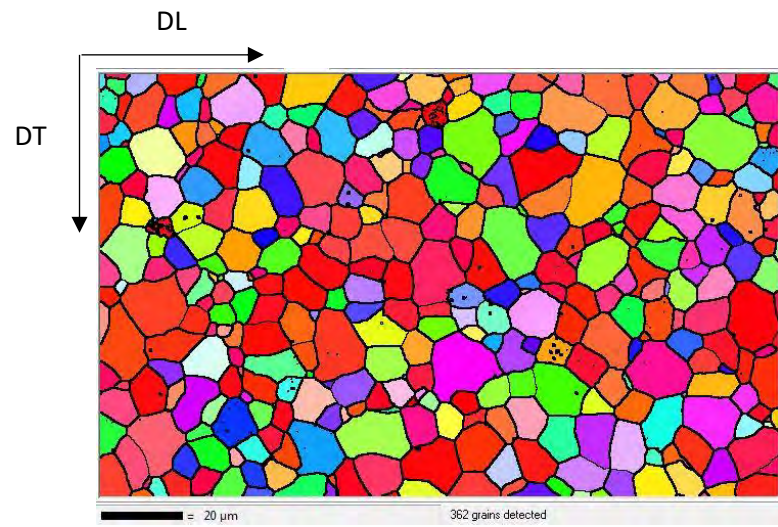
Como se puede observar en el mapa de orientación de la Figura 51 el material de partida posee una textura débil, aunque la dirección de laminación tiende a ser paralela a una dirección prismática mientras que DT y DN están ligeramente alineadas con la dirección basal. Las figuras inversas de polos que se muestran en la Figura 52 son consistentes con estas observaciones.



(a)



(b)



(c)

Figura 51 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DT; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DT; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DT

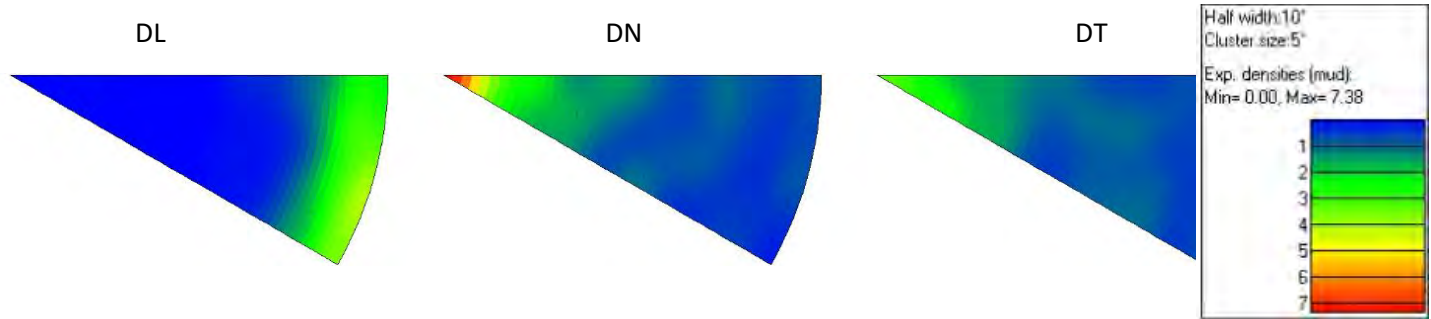


Figura 52 Figuras inversas de polos del plano DL-DT del material de partida

Por otra parte si observamos el histograma de desorientaciones de frontera de grano (Fig. 53) que nos representa los ángulos de frontera de grano, tenemos que la mayoría son ángulos de desorientación altos. Esto es consistente con la presencia de una textura relativamente débil.

Según una convención aceptada por toda la comunidad científica se ha definido un rango de fronteras de grano entre $3^\circ \leq \theta \leq 15^\circ$ para fronteras de ángulo bajo y $\theta \geq 15^\circ$ para fronteras de ángulo alto. A pesar de que se excluyen algunas fronteras de ángulo bajo se ha optado por tomar 3° y no 1° ya que al incluir fronteras de hasta 1° el programa interpreta algunos de los defectos o poros dentro de los granos como fronteras de bajo ángulo.

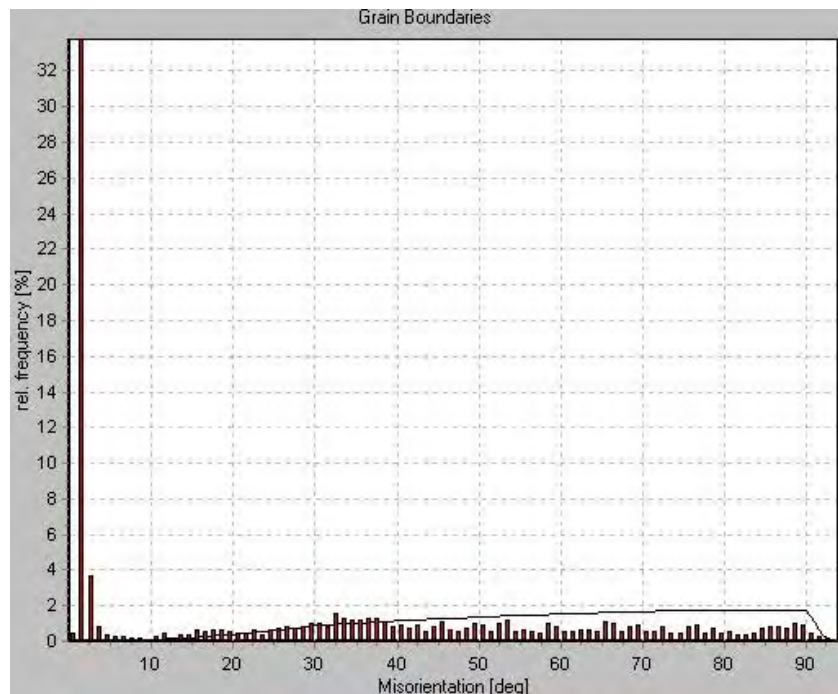


Figura 53 Histograma de desorientaciones de bordes de grano en el plano DL-DT de la muestra inicial

5.1.2. Plano DL-DN

En el plano DL-DN se observa que tenemos una microtextura muy similar tal como indican los mapas de orientaciones de la Figura 54 y las figuras inversas de polos (Fig. 55). Esto es lógico ya que la medida de microtextura que se obtiene mediante EBSD contiene información tridimensional.

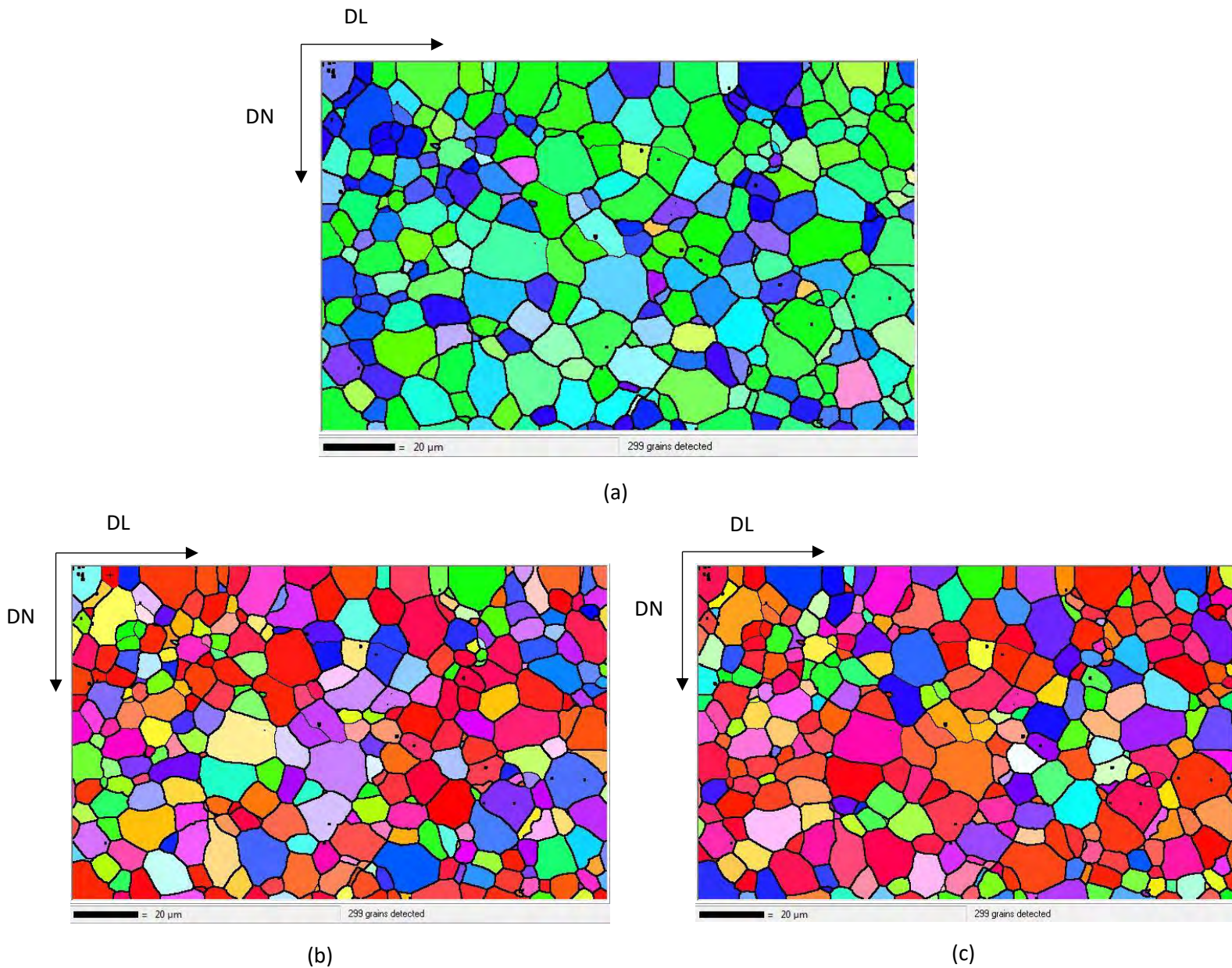


Figura 54 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN; (b) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN; (c) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN

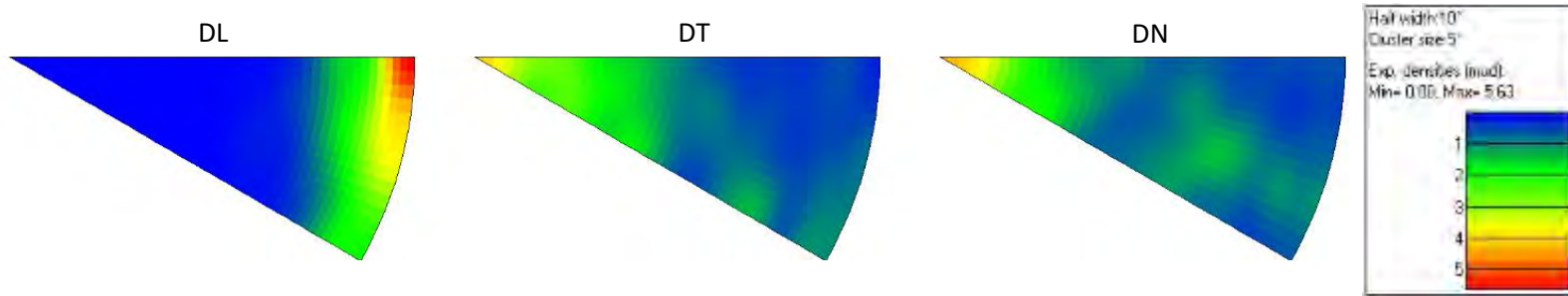


Figura 55 Figuras inversas de polos del plano DL-DN del material de partida

El histograma de desorientaciones muestra una configuración similar a la obtenida para el plano DL-DT.

Se puede ver que también predominan las fronteras de ángulo alto (Fig.56).

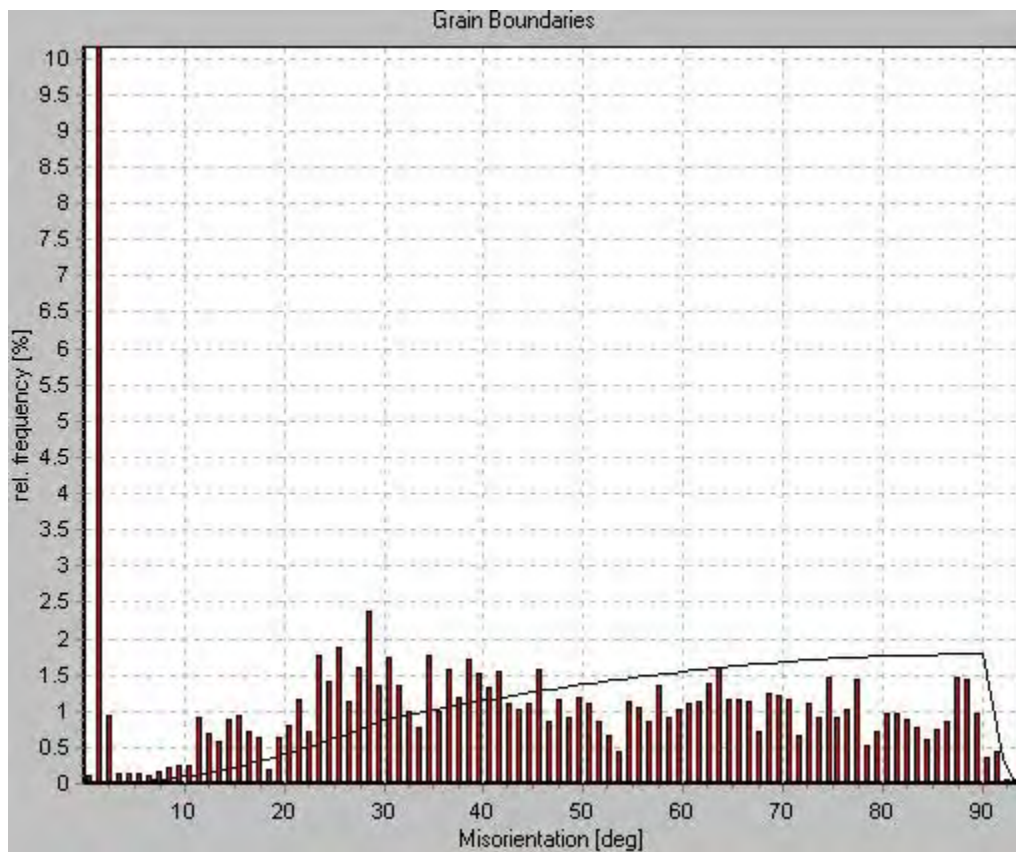


Figura 56 Histograma de desorientaciones de bordes de grano en el plano DL-DN de la muestra inicial

5.1.3. Tamaño de grano del material de partida

En el análisis del material de partida para ambos planos se ha obtenido un tamaño de grano parecido. Los granos son equiaxiales, lo que nos da a entender que la barra inicial de partida de la cual se han obtenido las muestras ha sido extruida en caliente. Los tamaños de grano en superficie fueron medidos mediante

el software Channel V como el diámetro de una elipse de área equivalente. En este caso la aproximación por este método es bastante acertada ya que los granos son equiaxiales. Los tamaños de grano obtenidos para ambos planos DL-DT y DL-DN pueden verse en las estadísticas de la Figura 57.

PLANO DL-DT			PLANO DL-DN		
EX	7	Average, expectation	EX	7,6	Average, expectation
D ² X	12,8	Variance, dispersion	D ² X	18	Variance, dispersion
s	3,6	Standard deviation	s	4,2	Standard deviation

Figura 57 Tamaños de grano de los planos DL-DT y DL-DN del material de partida

Para obtener el tamaño de grano real es necesario contabilizar el volumen del grano además de la superficie. Para tener en cuenta esto se ha multiplicado el tamaño de grano medio en superficie en cada caso por 1,7.

Tamaño de grano del plano DL – DT $\rightarrow d = 1,7 \times 7,03 = 12 \mu\text{m}$

Tamaño de grano del plano DL – DN $\rightarrow d = 1,7 \times 7,612 = 13 \mu\text{m}$

5.2. Microestructura del material recocido

Se llevó a cabo un tratamiento térmico de las muestras a 600°C durante 40 min para mejorar la ductilidad antes del primer ciclo de simulación de laminación acumulativa (ARB). Posteriormente se analizaron la microestructura y la microtextura en el plano DL-DT con el objetivo de ver el efecto del tratamiento térmico. En los mapas de orientación se aprecia un alineamiento fuerte de DL con una dirección prismática (Fig. 58) Así mismo DN y DT parecen estar alineadas con la dirección basal. Esto es consistente con la información proporcionada por las figuras inversas de polos (Fig. 59), en las cuales se aprecia un fuerte alineamiento de DL con $\langle 10\text{-}10 \rangle$ y de DN con $\langle 0001 \rangle$.

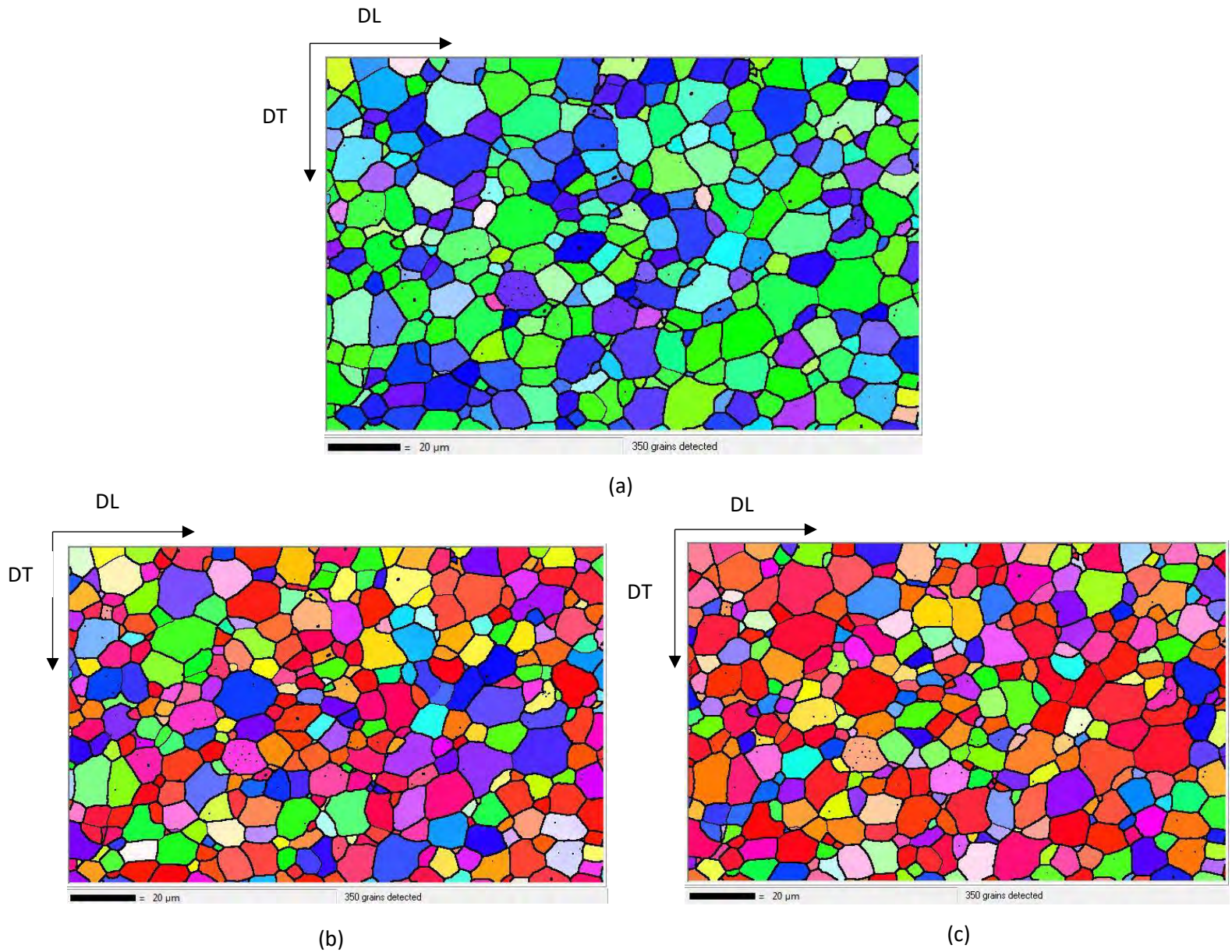


Figura 58 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DT de la muestra recocida; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DT de la muestra recocida; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DT de la muestra recocida

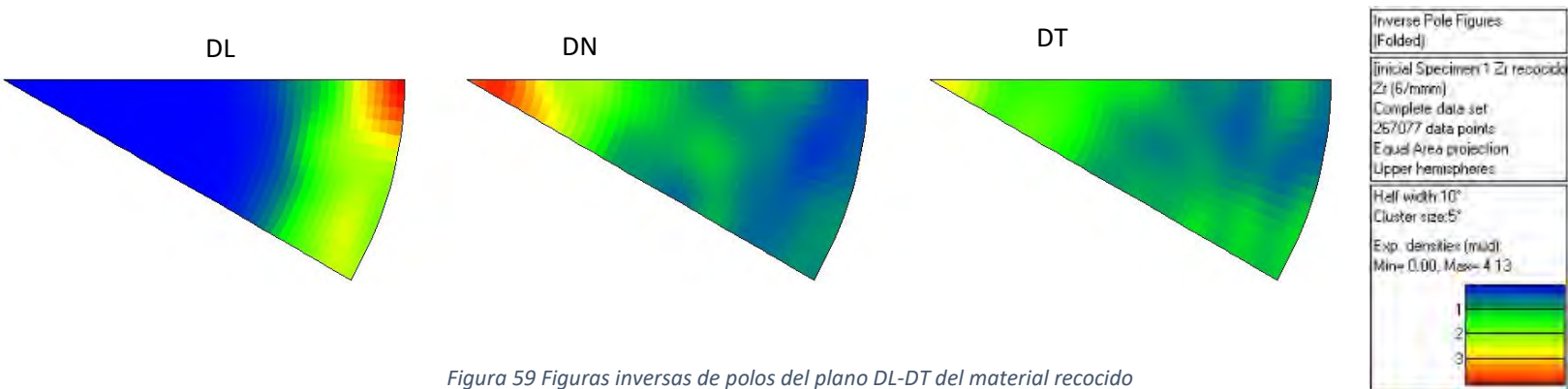


Figura 59 Figuras inversas de polos del plano DL-DT del material recocido

En la Figura 60 se muestra el histograma de desorientaciones de bordes de grano correspondiente al material recocido. Se puede ver que han aumentado ligeramente las fronteras de ángulo bajo respecto al material de partida en el plano DL-DT. Esto puede deberse a la preparación superficial de la muestra ya que no se espera que un tratamiento de recocido dé lugar a la formación de subgranos adicionales.

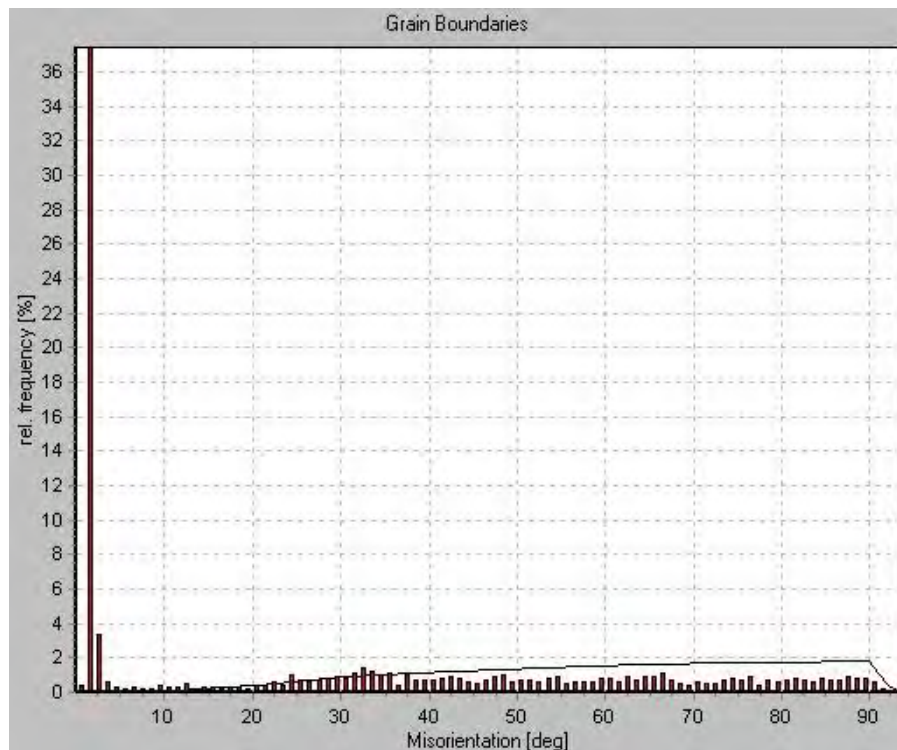


Figura 60 Histograma de desorientaciones de bordes de grano en el plano DL-DT del material recocido

El tamaño grano obtenido es similar al del material de partida por lo que podemos deducir que el recocido ha eliminado defectos y ha cambiado la orientación de algunos granos pero no ha producido un crecimiento del tamaño de grano destacable.

PLANO DL-DT		
EX	7	Average, expectation
D ² X	15,1	Variance, dispersion
s	3,9	Standard deviation

Figura 61 Tamaño de grano del plano DL-DT del material recocido

Tamaño de grano del plano DL – DT $\rightarrow d = 1,7 \times 7,0758 = 12\mu\text{m}$

5.3. Microestructura de la muestra procesada mediante el primer ciclo de simulación de ARB.

Se ha analizado la microestructura en 4 posiciones a lo largo del espesor con el objetivo de detectar la presencia de gradientes, tal como se muestra en la Figura 62.

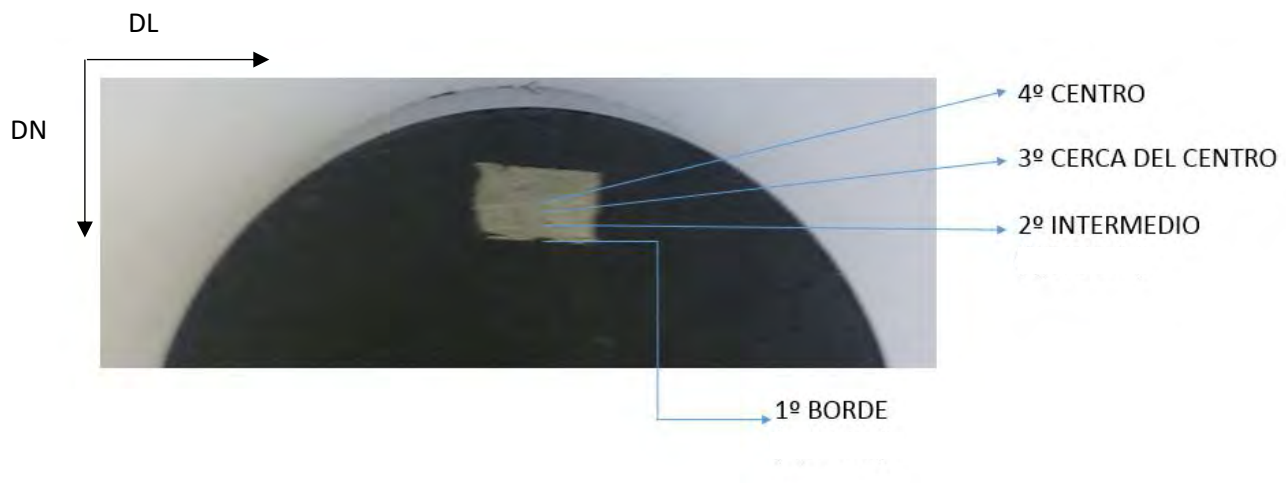
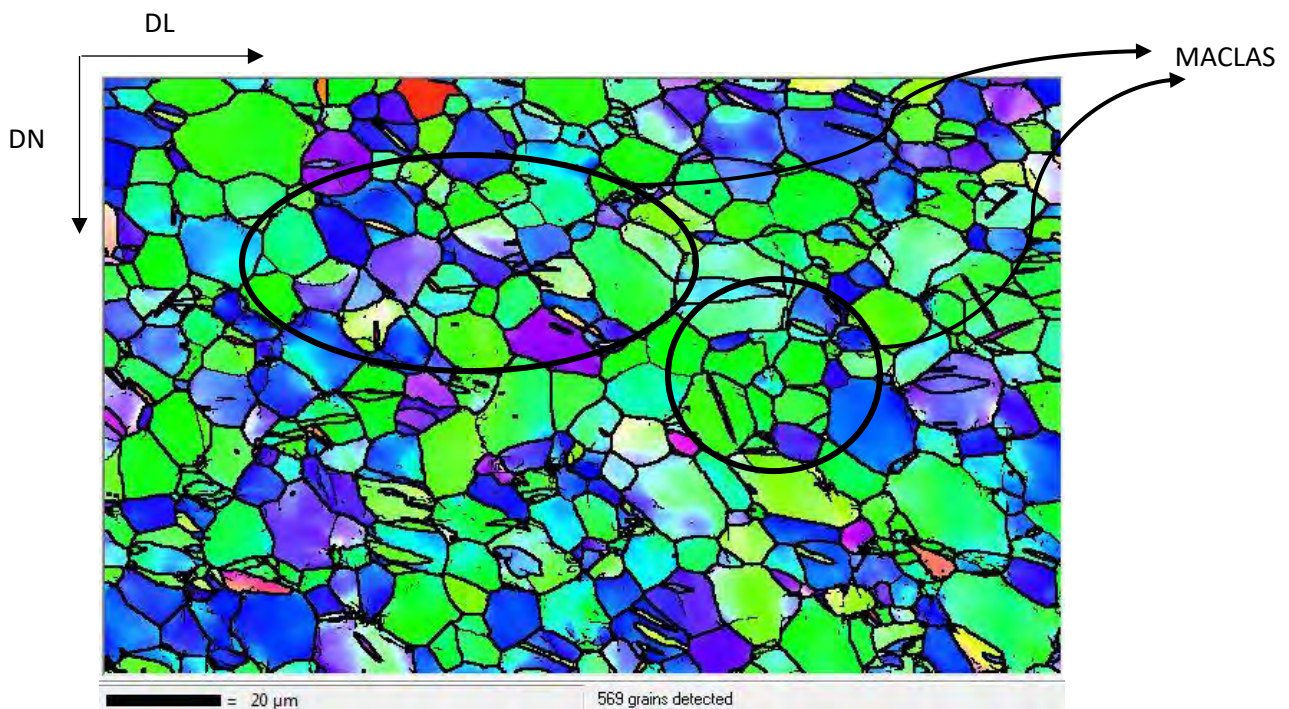


Figura 62 Esquema de medidas que se han tomado sobre la muestra simulada en el primer ciclo de ARB

5.3.1. Medida cercana al borde inferior de la muestra (1º)

En la Figura 63 se puede observar que se ha activado el mecanismo de maclado y por lo tanto la disminución del tamaño de grano no es tan significativa como habría tenido lugar al aplicar una deformación para reducir el espesor en un 75 % aproximadamente, si el mecanismo de deformación predominante hubiera sido el deslizamiento de dislocaciones. Además se observa una acumulación de dislocaciones en torno a los bordes de grano que ha generado una distorsión de las fronteras de grano de ángulo bajo. En las figuras inversas de polos (Fig. 64) se puede observar por la intensidad máxima de la figura que DN tiende a ser paralela al plano basal. Además existe gran número de direcciones prismáticas paralelas a la dirección de laminación (DL). Las fronteras de ángulo bajo aumentan con la deformación (Fig. 65), esto refleja que, durante la misma, como es de esperar se han introducido también dislocaciones que posteriormente se reordenan formando los bordes de bajo ángulo.



(a)

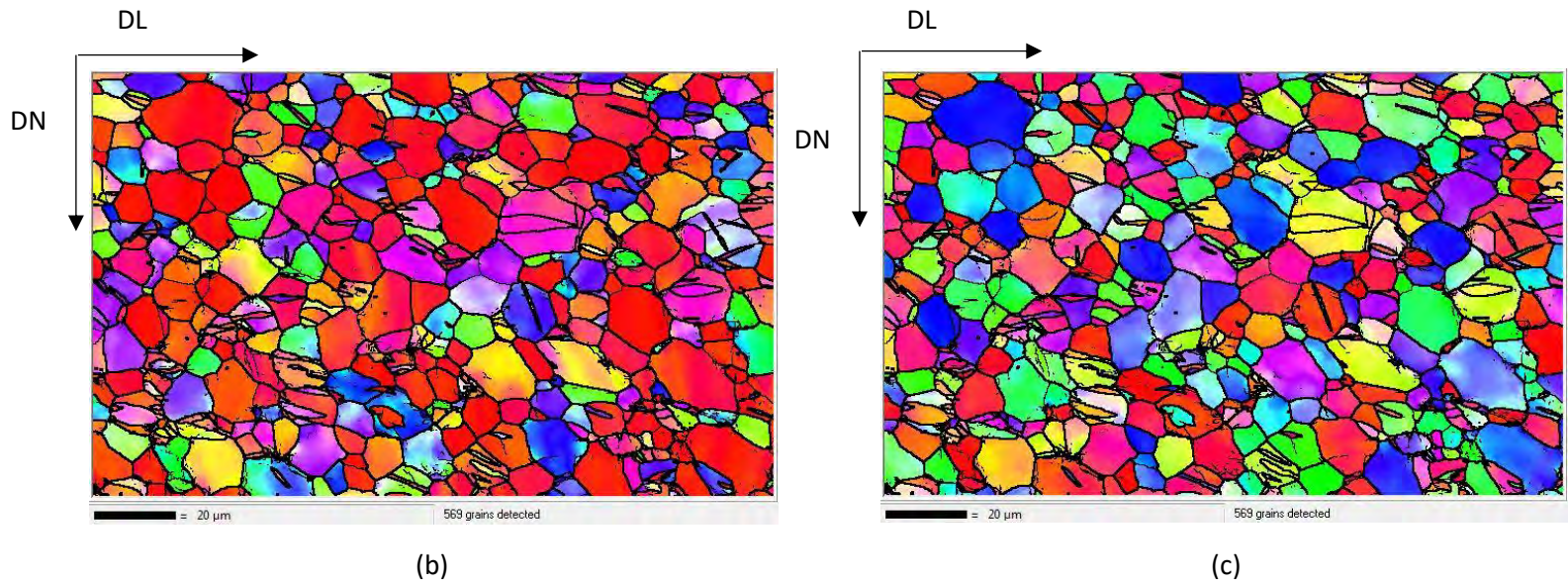


Figura 63 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN del borde de la muestra procesada por ARB 1; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN del borde de la muestra procesada por ARB 1; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN del borde de la muestra procesada por ARB 1

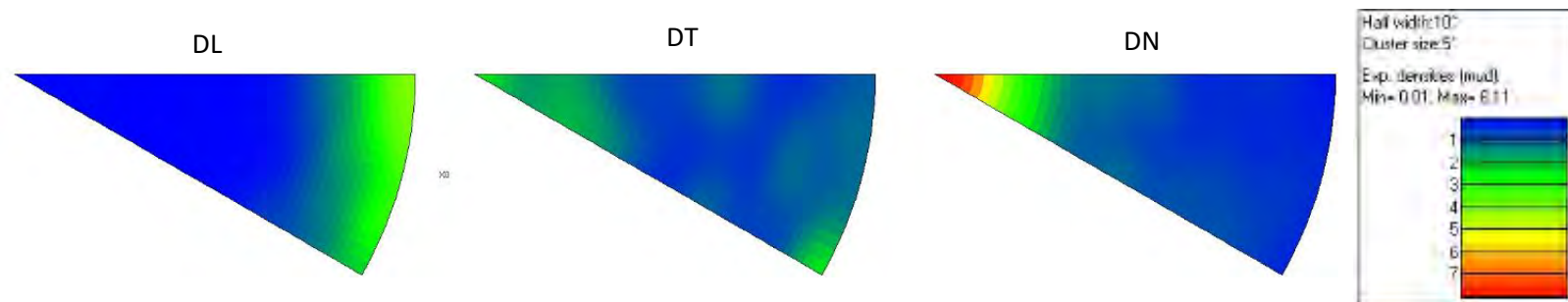


Figura 64 Figuras inversas de polos del plano DL-DN del borde de la muestra procesada por ARB 1

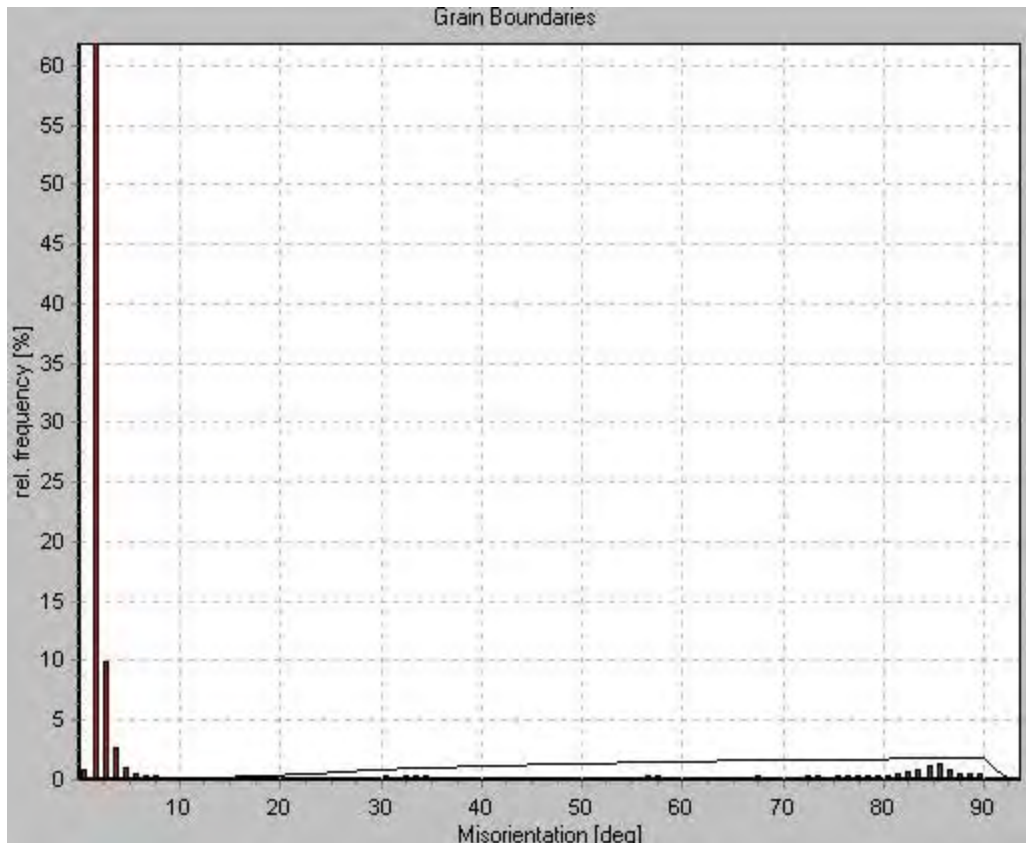
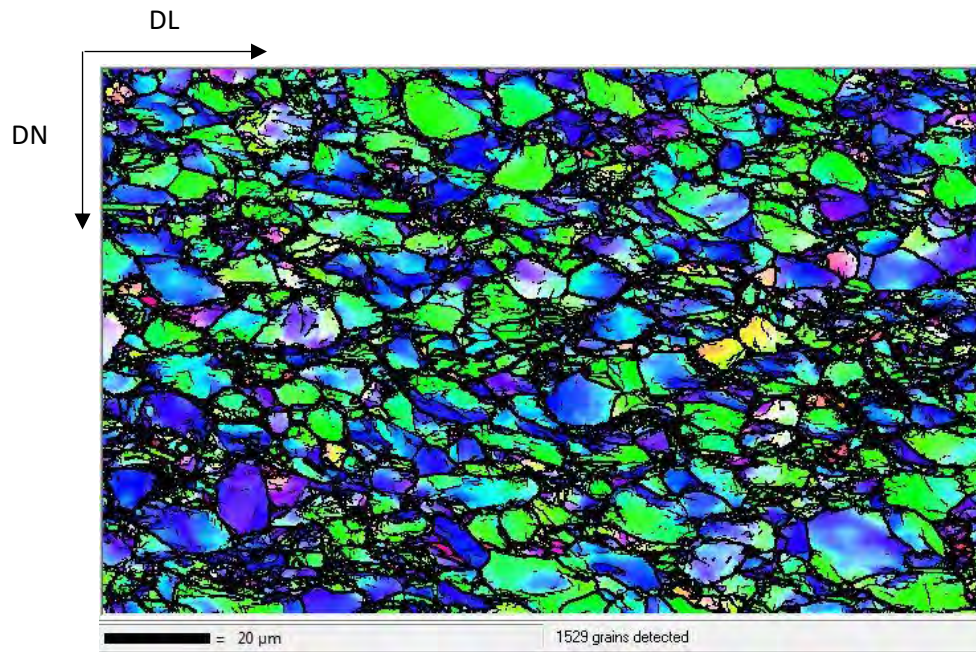


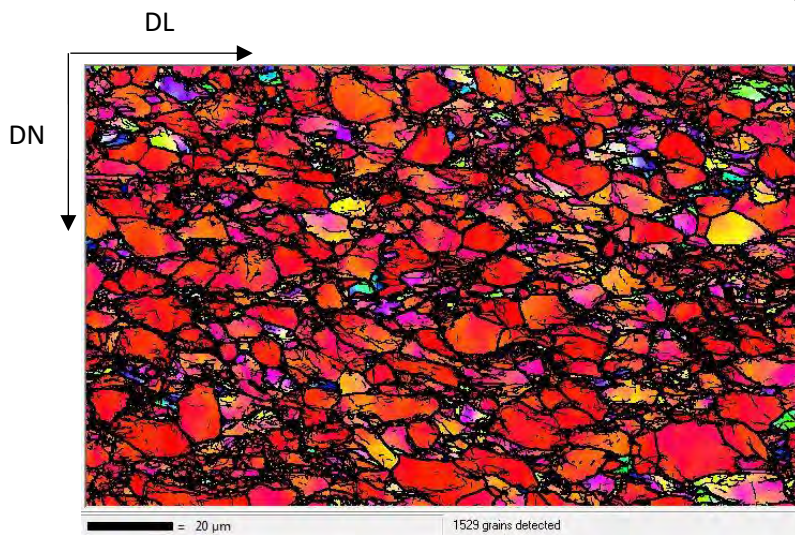
Figura 65 Histograma de desorientaciones de bordes de grano en el plano DL-DN del borde del material procesado por ARB

5.3.2. Medida entre el centro y el borde inferior de la muestra (2º)

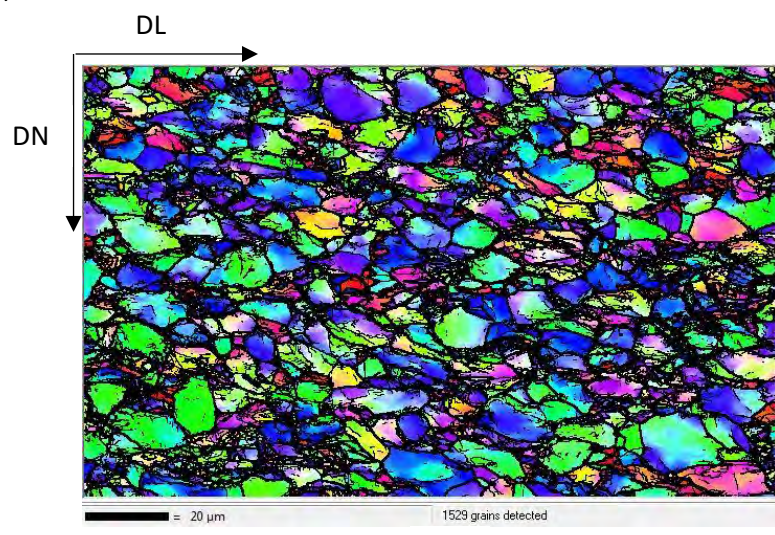
En los mapas IPF (Fig. 66) se puede observar cómo, a causa de la deformación, aumentan los bordes de grano de ángulo bajo y aumenta la distorsión de las zonas próximas a las fronteras de grano. Se ve como los granos comienzan a alargarse en la dirección de laminación (DL) y se reduce su tamaño.



(a)



(b)



(c)

Figura 66 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN de la zona intermedia de la muestra procesada por ARB 1; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN de la zona intermedia de la muestra procesada por ARB 1; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN de la zona intermedia de la muestra procesada por ARB 1

Se puede ver cómo (Fig. 67), al igual que en el material de partida, la dirección de laminación continúa siendo paralela a direcciones prismáticas. También se observa como la dirección normal rota para alejarse de la dirección basal.

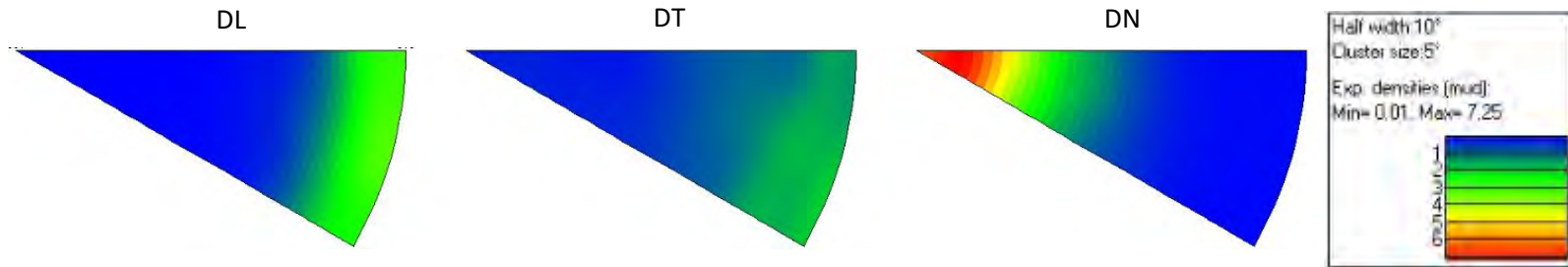


Figura 67 Figuras inversas de polos del plano DL-DN de la zona intermedia de la muestra procesada por ARB 1

En el histograma de desorientaciones de bordes de grano (Fig. 68) vemos que siguen predominando las fronteras de ángulo bajo. Esta observación junto a la ausencia de maclas revela que el mecanismo de deformación predominante es el deslizamiento de dislocaciones.

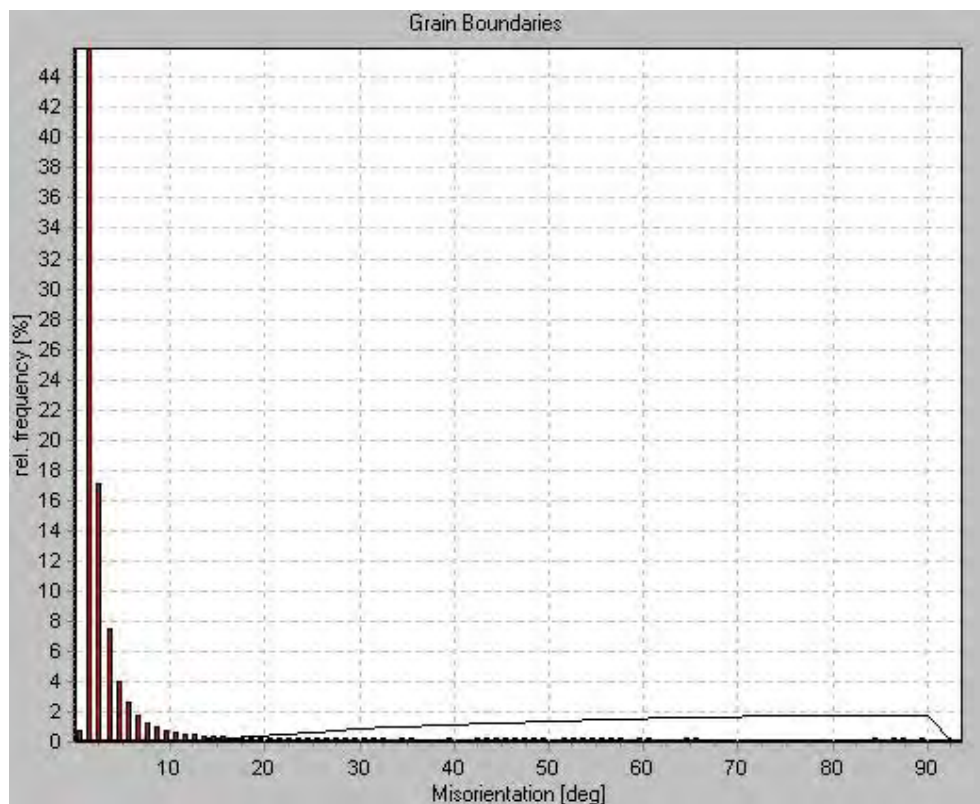
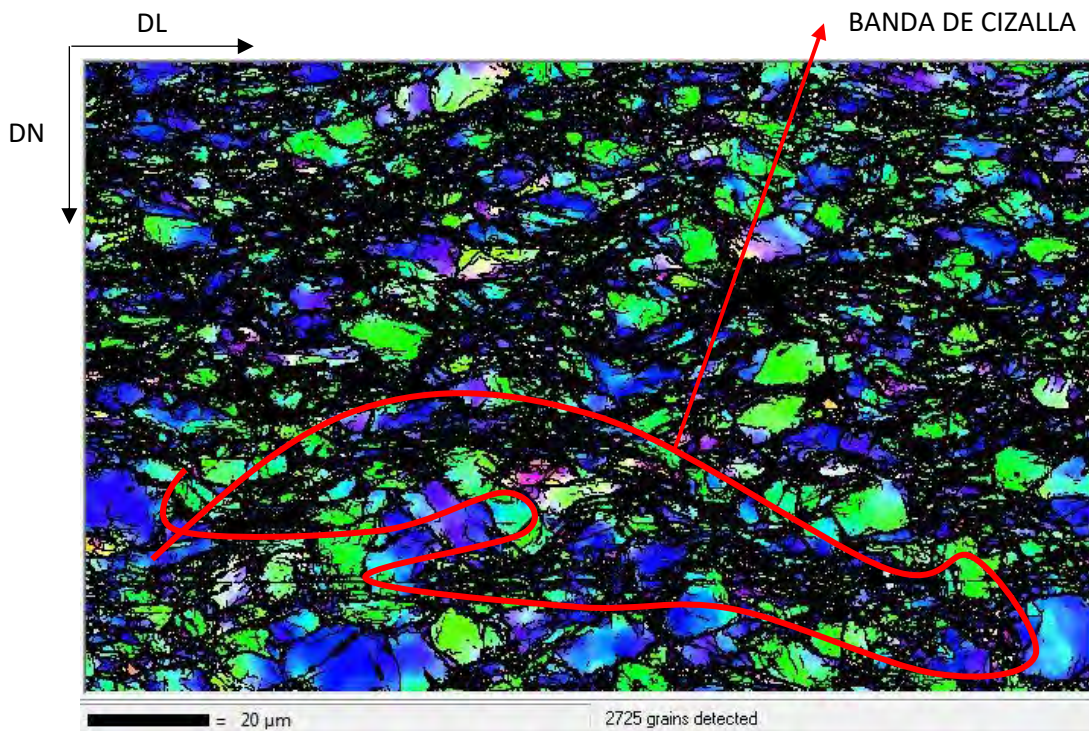


Figura 68 Histograma de desorientaciones de bordes de grano en el plano DL-DN de la zona intermedia del material procesado por ARB 1

5.3.3. Medida cerca del centro de la muestra (3º)

En los mapas de la Figura 69 se puede observar cómo aumenta la densidad de dislocaciones a medida que nos acercamos al centro de la muestra que es donde más deformación hay. Se aprecian bandas de cizalla, donde se acumula la deformación, que recorren la muestra a unos 30°- 45° del plano de laminación. Los granos comienzan a alargarse en la dirección de laminación.

Es importante señalar que se ha limpiado el mapa mediante el software Channel V con el objetivo de eliminar defectos. Esto introduce un error ya que conforme nos acercamos al centro y aumenta la deformación se reduce el porcentaje de indexado mediante la técnica de difracción de electrones retro-dispersados (EBSD), por lo que al limpiar mapas con bajo porcentaje de indexado se simulan zonas que no corresponden al mapa real obtenido. Como en este caso el indexado ha sido del 74% se ha optado por poner los mapas limpios (Fig. 69) y sin limpiar (Fig. 70), ya que la distorsión de la microestructura introducida al limpiar el mapa comienza a ser relevante. Si observamos los mapas sin limpiar y sin incluir las fronteras de grano tenemos que hay zonas blancas que son las que no han indexado, por lo que tenemos una visión más real de la microestructura del material. Además se puede observar que la parte no indexada coincide con las bandas de cizalla donde se acumulan las dislocaciones y no ha sido posible captar los subgranos y celdas de dislocaciones que se han formado.



(a)

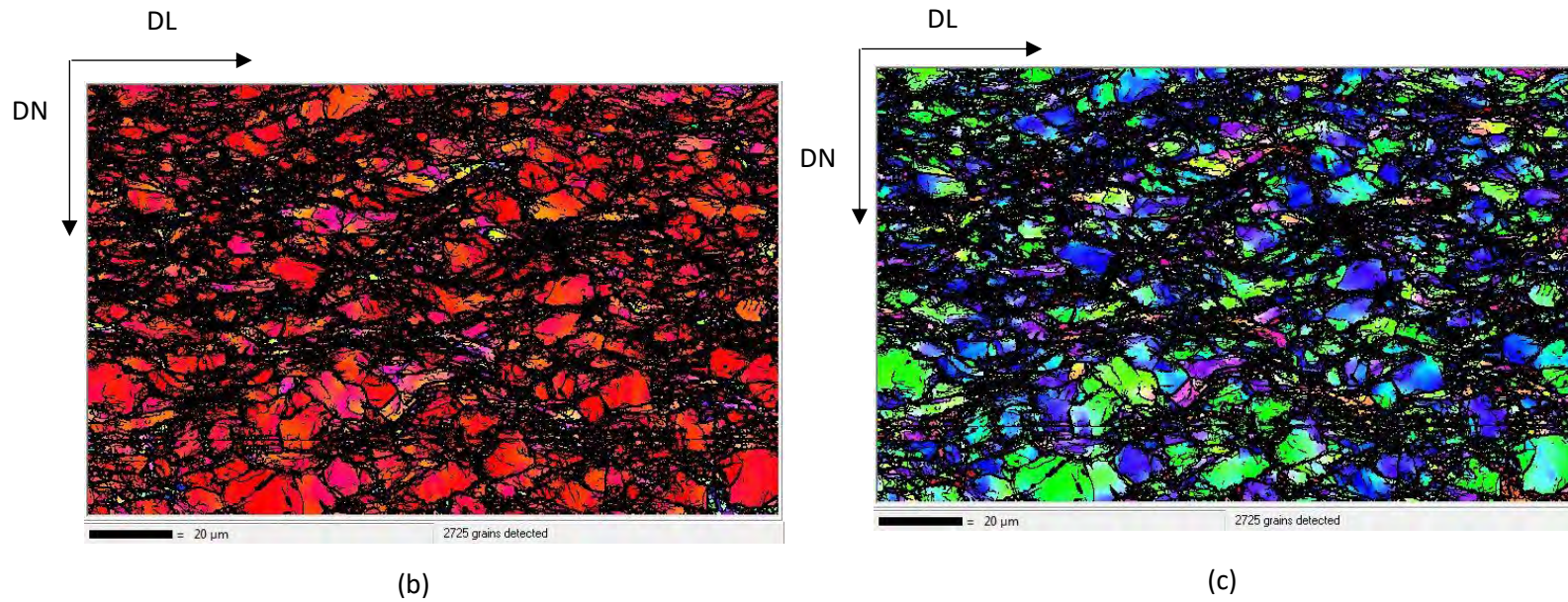
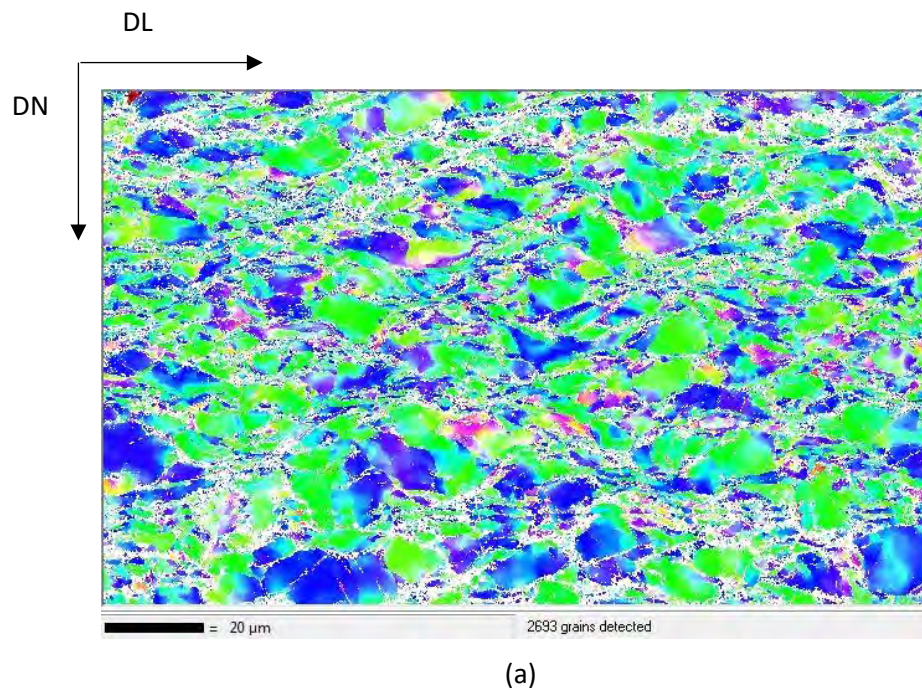


Figura 69 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN de una zona cercana al centro de la muestra procesada por ARB 1; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN de una zona cercana al centro de la muestra procesada por ARB 1; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN de una zona cercana al centro de la muestra procesada por ARB 1



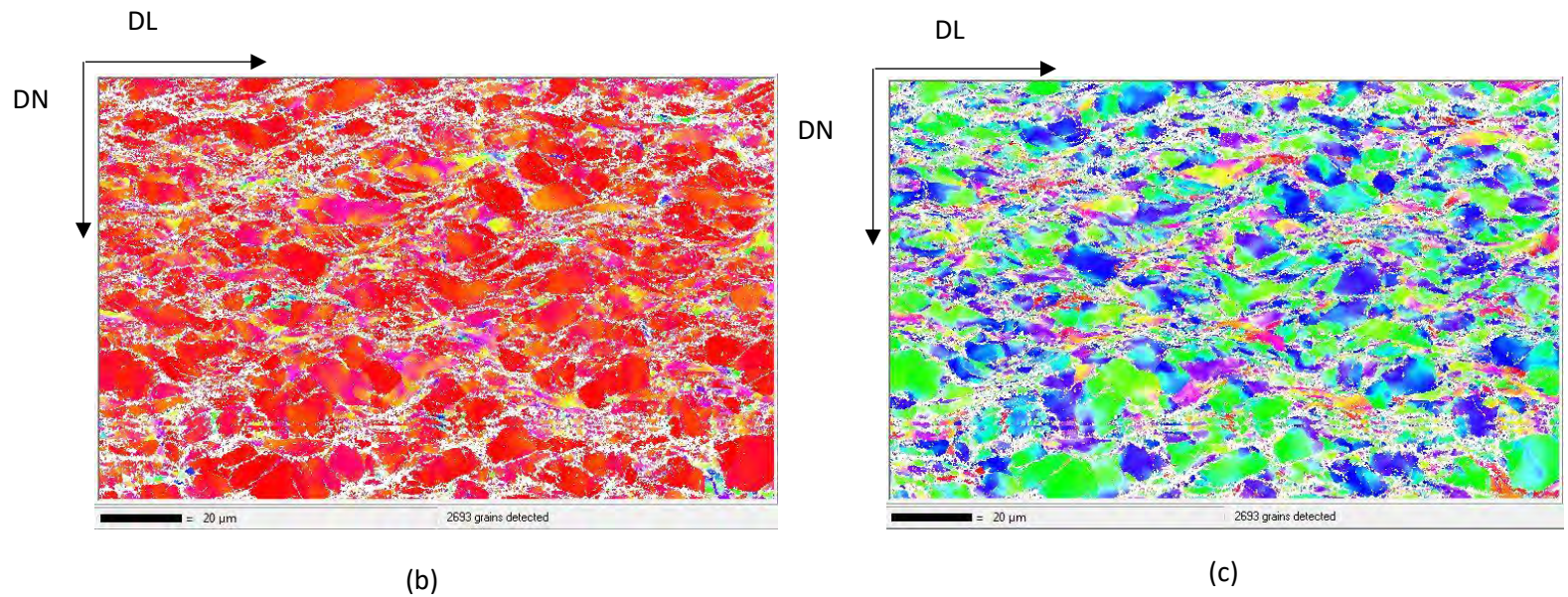


Figura 70 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN de una zona cercana al centro de la muestra procesada por ARB 1; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN de una zona cercana al centro de la muestra procesada por ARB 1; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN de una zona cercana al centro de la muestra procesada por ARB 1

En la Figura 71, en la que se muestran las figuras inversas de polos, vemos que la textura de esta zona (3º) es similar a la obtenida en la zona intermedia (2º). En este caso se ha decidido no incluir el diagrama de orientaciones ya que al tener el error debido al porcentaje que no ha indexado se produce un falseo en el número de fronteras de ángulo bajo.

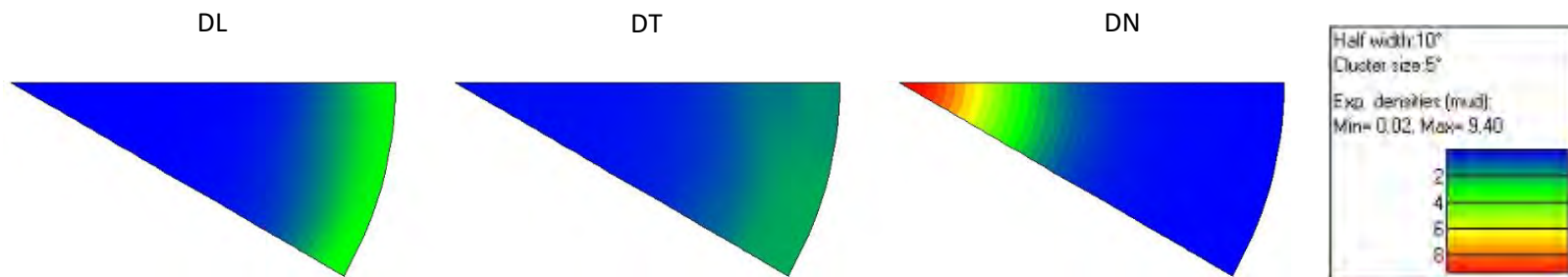


Figura 71 Figuras inversas de polos del plano DL-DN de una zona cercana al centro de la muestra procesada por ARB 1

5.3.4. Medida en el centro de la muestra (4º)

Para esta medida (Fig. 72) se ha indexado un 41,62% debido a la gran deformación que existe en esta zona. Por esto se ha optado por no limpiar el mapa, ya que el error (distorsión de la microestructura) sería muy alto, y se ha decidido no incluir las fronteras de grano pues de lo contrario el mapa quedaría totalmente oscurecido y muchas de estas no serían reales. Las zonas blancas son aquellas donde se han acumulado las dislocaciones formando celdas. La Figura 73 muestra que en esta zona la textura no experimenta grandes cambios. Tan sólo se observa que la dirección normal continúa rotando para alejarse progresivamente de la dirección basal.

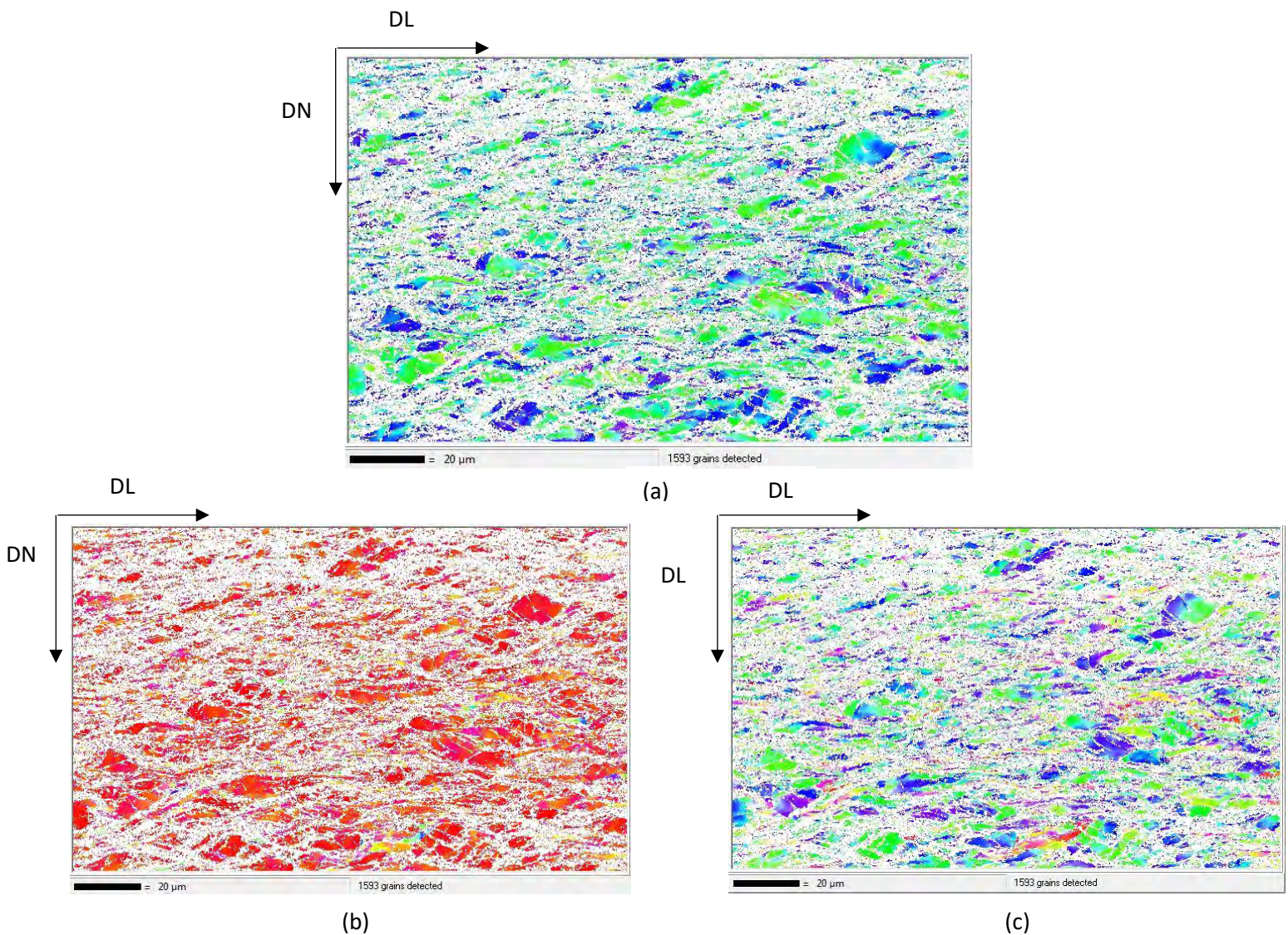


Figura 72 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN en el centro de la muestra procesada por ARB 1; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN en el centro de la muestra procesada por ARB 1; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN en el centro de la muestra procesada por ARB 1

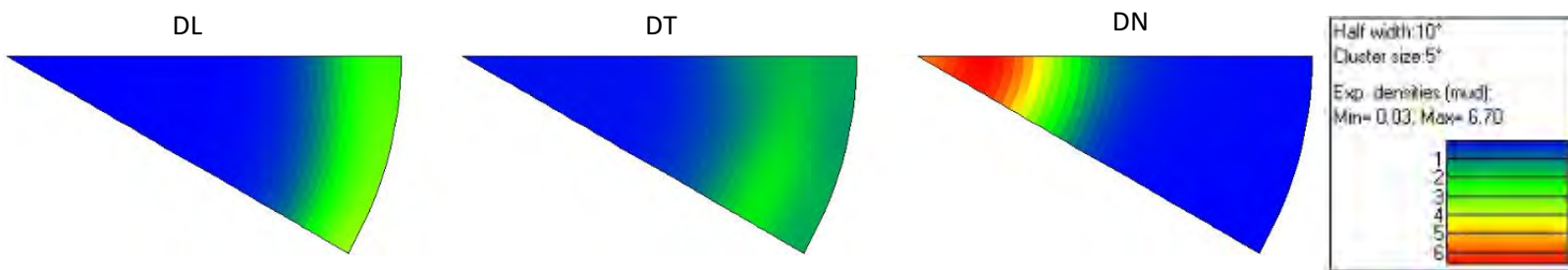


Figura 73 Figuras inversas de polos del plano DL-DN en el centro de la muestra procesada por ARB 1

En este caso tampoco se ha incluido el histograma de desorientaciones ya que no refleja de forma fehaciente la naturaleza de las fronteras de grano presentes debido al elevado grado de deformación. El indexado es de solo un 40,62 %, lo que es consistente con la alta deformación del centro de la muestra. Debido a esto no podemos obtener de forma fiable la distribución de fronteras de granos y el tamaño de grano, ya que este está muy deformado y subdividido. Para poder observar la microestructura con mayor resolución se ha decidido obtener una lámina del material y adelgazarla para poder observarla en el microscopio óptico de transmisión (TEM).

5.3.5. Estudio de la microestructura del centro de la muestra simulada por ARB₁ mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM).

En la Figuras 74 y 75 se muestra la microestructura correspondiente a la zona 4º. Las imágenes fueron obtenidas mediante TEM. La microestructura está formada por granos y subgranos de tamaño nanométrico y ultrafinos, celdas de dislocaciones equiaxiales y alargadas. El tamaño de grano en el centro de la muestra está entre 200 nm y 400 nm. Esta estimación se ha realizado teniendo en cuenta la escala en cada una de las imágenes por lo que es más fiable que los resultados obtenidos mediante difracción de electrones (EBSD).

Tamaño de grano del plano DL – DN en el centro $\rightarrow d = 1,7 \times 300 = 510 \text{ nm}$



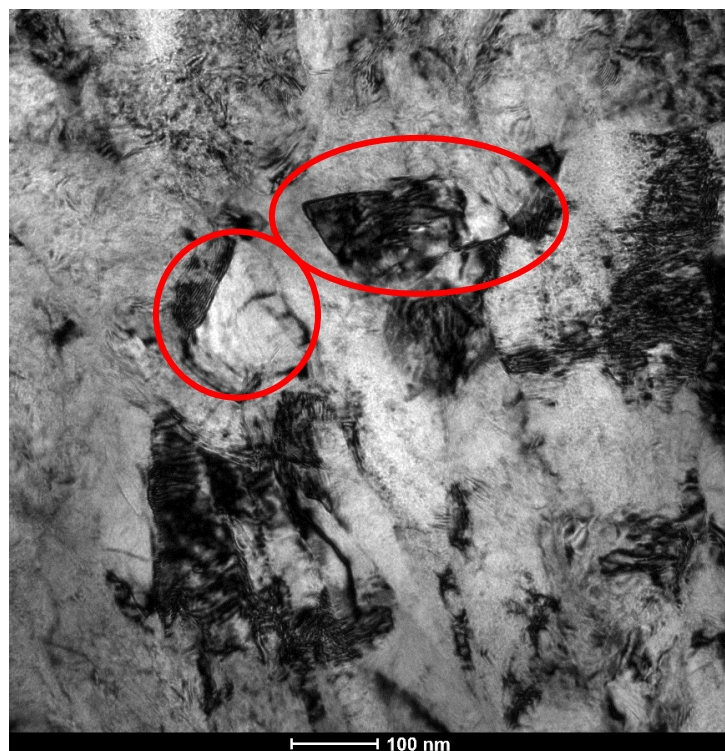
(a)



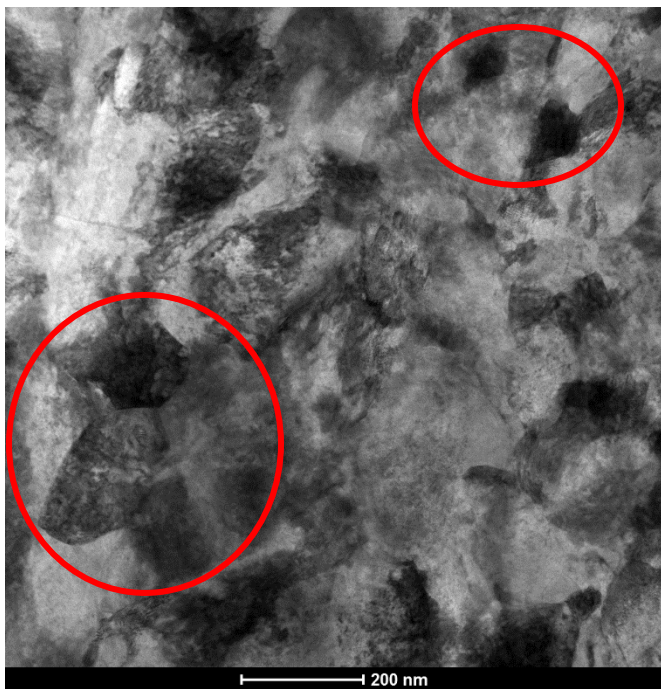
(b)



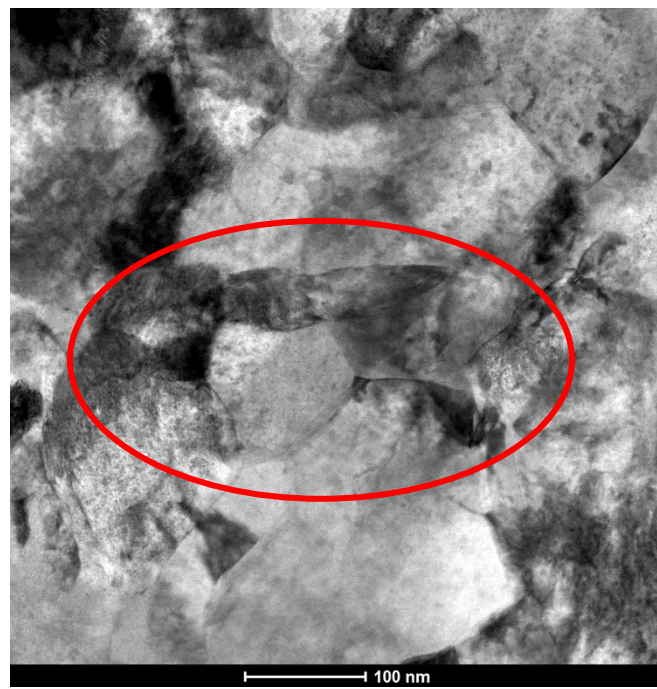
(c)



(d)

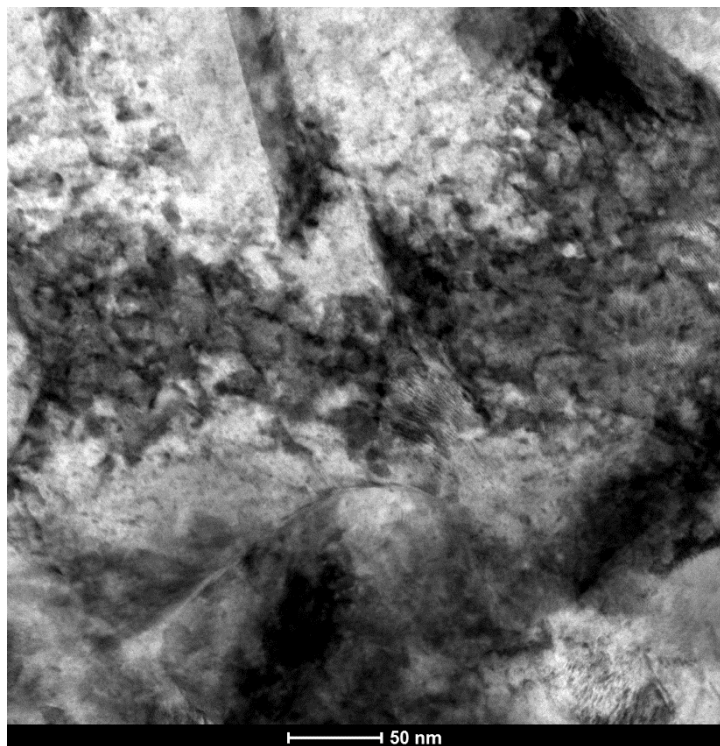


(e)

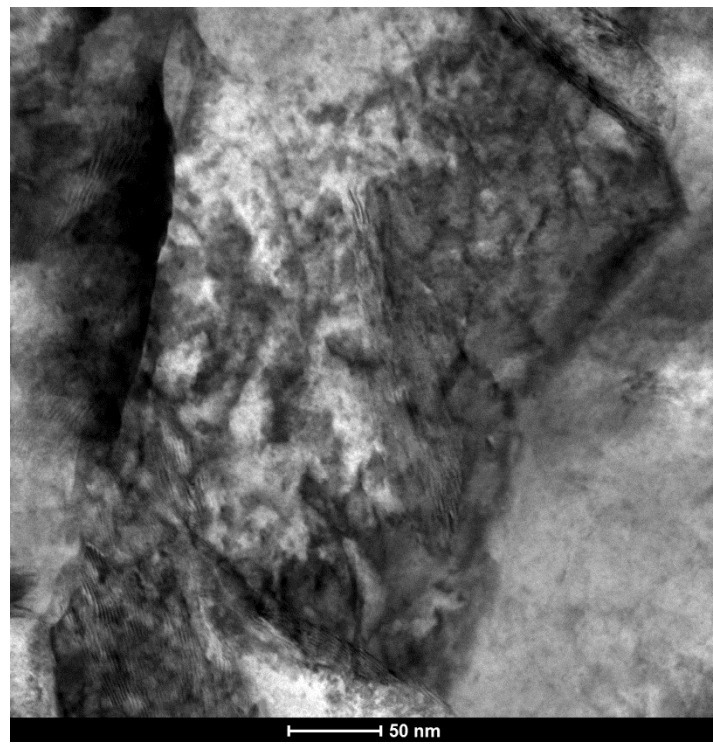


(f)

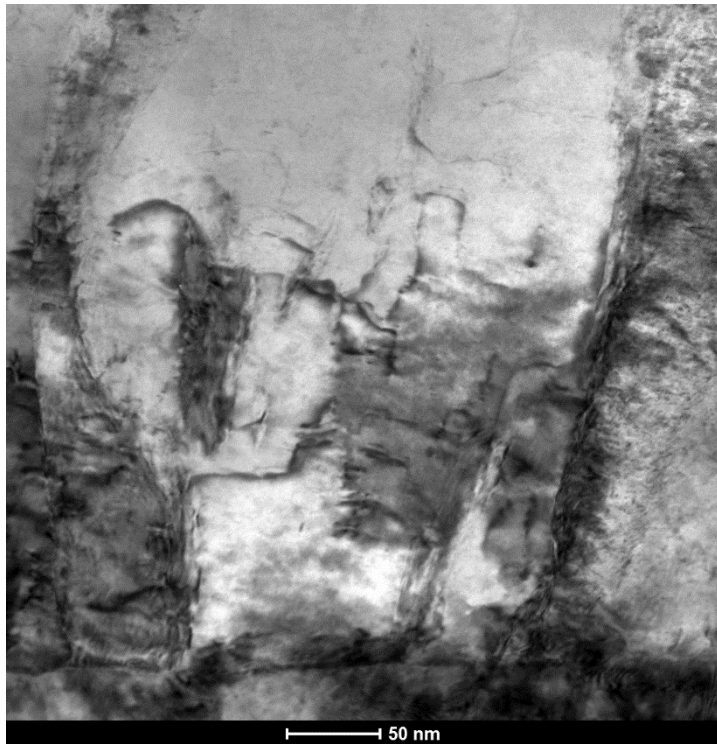
Figura 74 (a-f) Microestructura de la zona 4ª en la muestra procesada mediante ARB1.



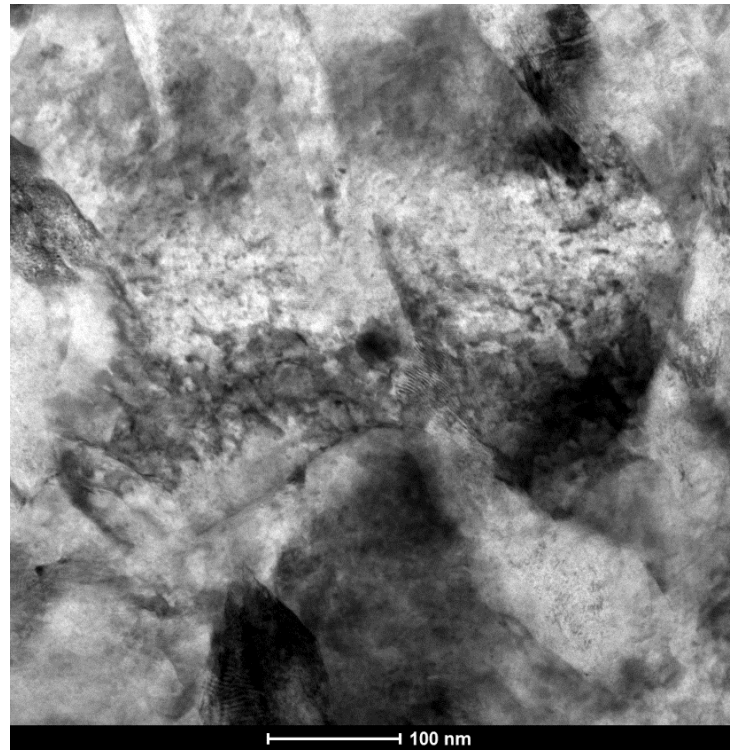
(a)



(b)



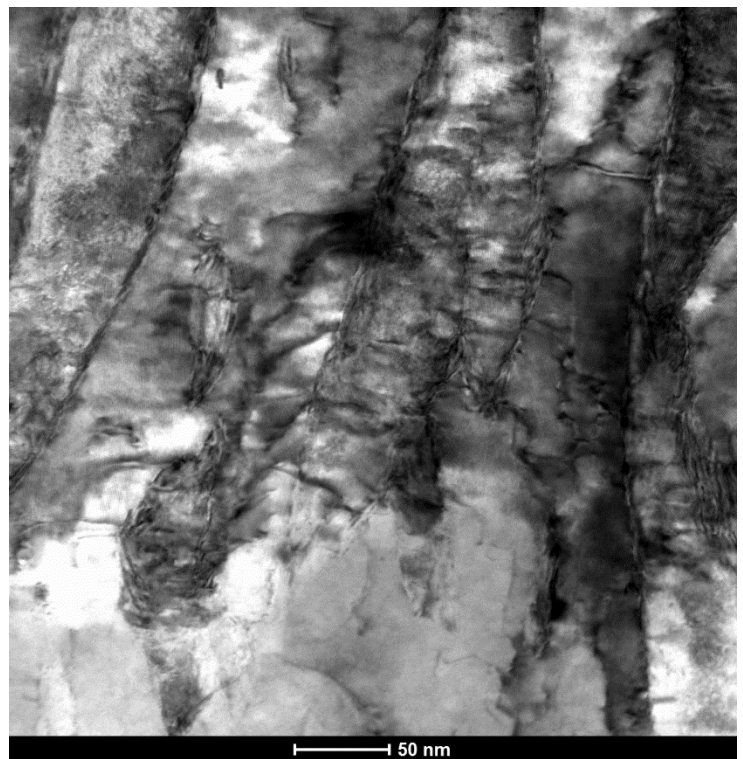
(c)



(d)



(e)



(f)

Figura 75 Microestructura de la zona 4ª en la muestra procesada mediante ARB1. (a-d) Celdas de dislocaciones; (e-f) Granos alargados.

El patrón de difracción obtenido, Figura 76, muestra círculos concéntricos que no se aprecian totalmente nítidos y definidos. Esto es consistente con el hecho de que el proceso de subdivisión del grano y de formación de granos ultrafinos con fronteras de ángulo alto aún no ha llegado a término.

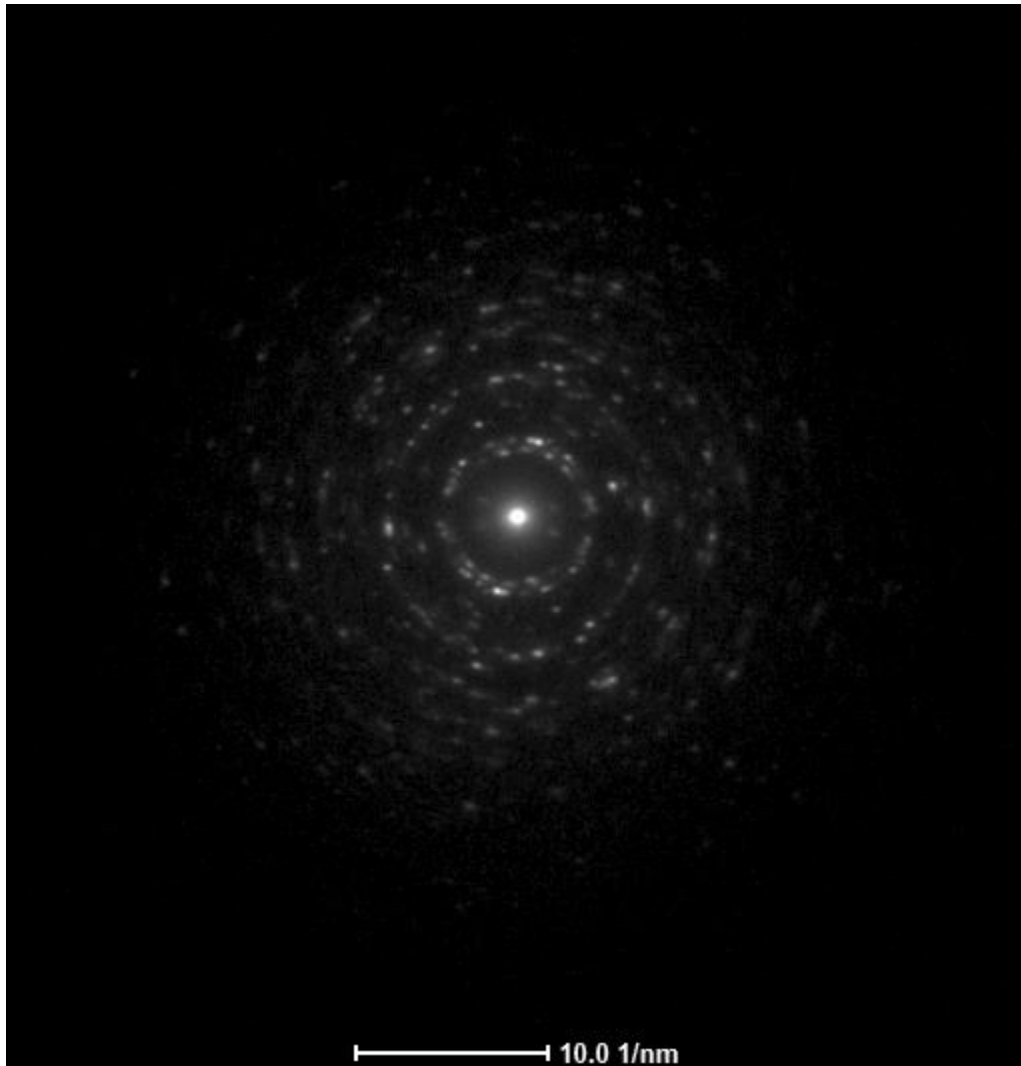


Figura 76 Imagen del patrón de difracción del centro de la muestra simulada por ARB1

5.3.6. Caracterización y comparación del tamaño de grano en las distintas medidas de la muestra simulada por el primer ciclo de ARB

El tamaño de grano en el centro de la muestra se ha estimado mediante el microscopio de transmisión debido a que los resultados son poco fiables ya que se ha obtenido un bajo porcentaje de indexado mediante la técnica de difracción de electrones.

Es importante destacar que los datos obtenidos del tamaño de grano que se muestran en la Figura 77 son menos fiables conforme nos acercamos al centro de la muestra, esto se debe a que al aumentar la deformación los granos dejan de ser equiaxiales y se produce un mayor error. Otro factor a tener en cuenta, ya que reduce el porcentaje indexado, es el aumento de las marañas de dislocaciones conforme aumenta la deformación.

CERCA DEL BORDE PLANO DL-DN			ZONA INTERMEDIA PLANO DL-DN			CERCA DEL CENTRO PLANO DL-DN		
EX	5	Average, expectation	EX	2	Average, expectation	EX	2	Average, expectation
D ² X	13,7	Variance, dispersion	D ² X	4,5	Variance, dispersion	D ² X	2,4	Variance, dispersion
s	3,7	Standard deviation	s	2,1	Standard deviation	s	1,6	Standard deviation

Figura 77 Comparación de tamaños de grano de las distintas medidas en el plano DL-DN de la muestra obtenidos mediante aproximación a elipses

Tamaño de grano del plano DL – DN en el borde de la muestra $\rightarrow d = 1,7 \times 5,0311 = 9\mu\text{m}$

Tamaño de grano del plano DL – DN en una zona intermedia $\rightarrow d = 1,7 \times 2,2707 = 4\mu\text{m}$

Tamaño de grano del plano DL – DN cerca del centro $\rightarrow d = 1,7 \times 2,0018 = 3\mu\text{m}$

5.4. Microestructura de la muestra en el plano DL-DN tras el segundo ciclo de simulación de ARB (ARB₂)

Para la caracterización de la microestructura de la simulación de este segundo ciclo de laminación acumulativa (ARB 2) se han tomado dos medidas, la primera en una zona intermedia y la segunda en el espesor medio (Fig. 78). Cabe destacar que en este segundo ciclo la textura y la microestructura a través del espesor es más compleja ya que tenemos varias uniones que son afectadas de diferente forma por la deformación plana. Para la caracterización del tamaño de grano y de la microestructura en el centro de la muestra se ha optado por obtener una lámina y observarla en el microscopio óptico de transmisión (TEM), ya que, como en la muestra anterior, la deformación en el centro es muy alta e impide que en esa zona el porcentaje indexado sea elevado.

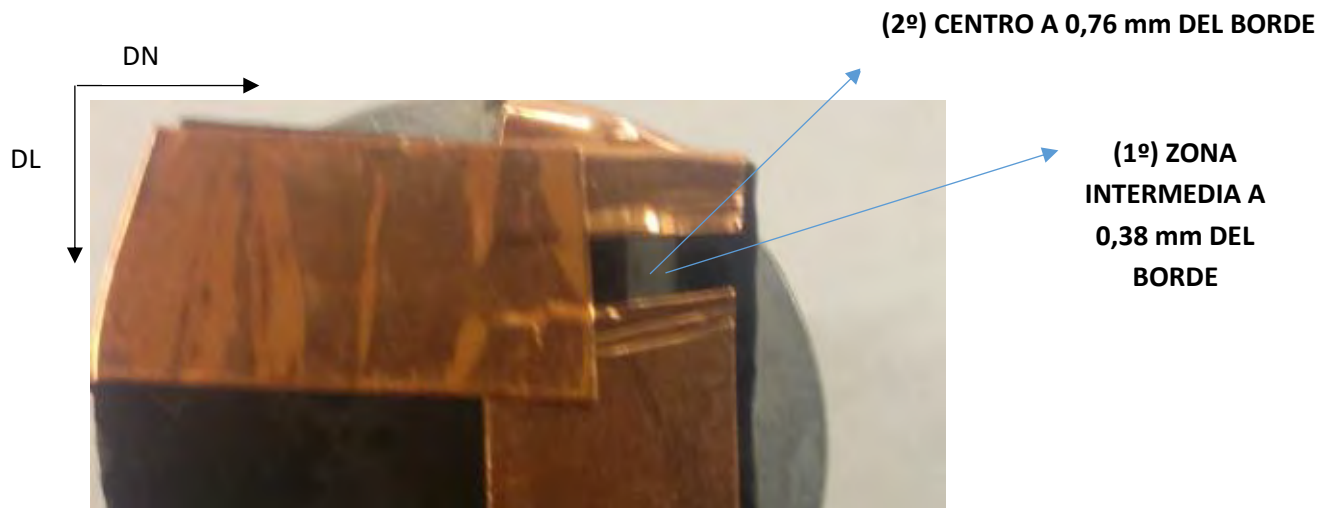
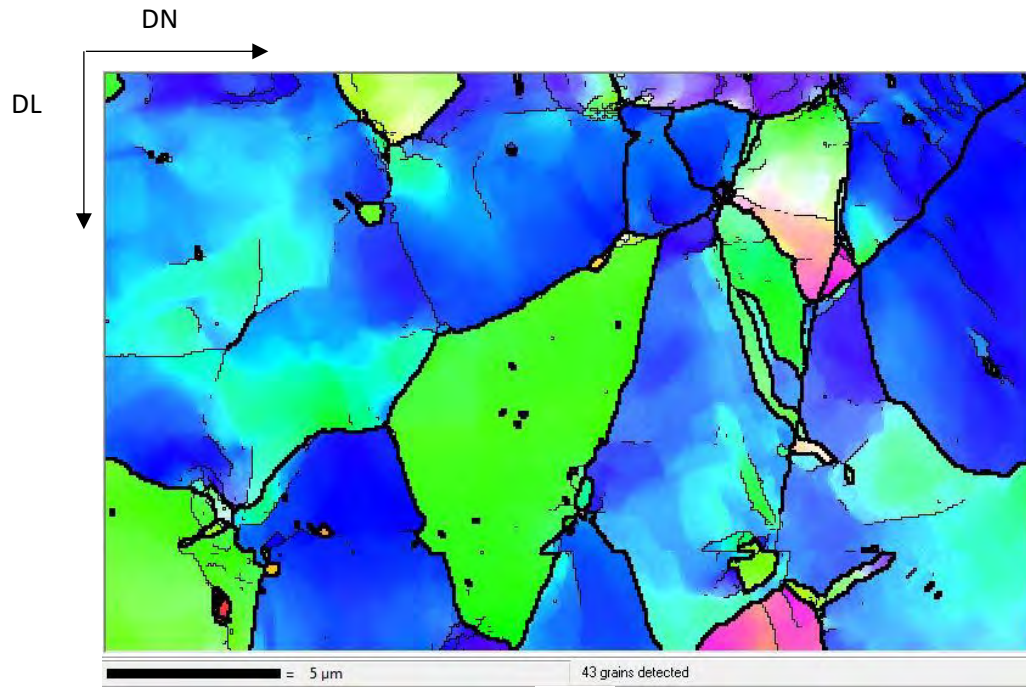


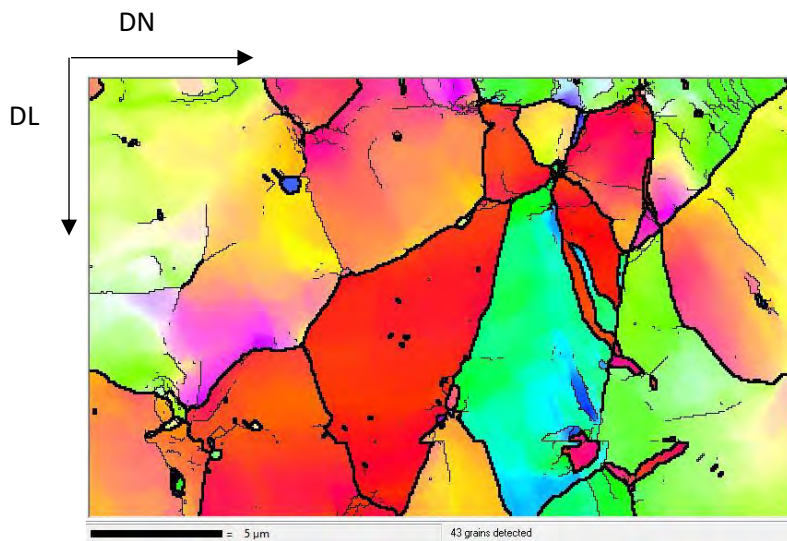
Figura 78 Esquema de medidas que se han tomado sobre la muestra en vertical simulada en el segundo ciclo de ARB

5.4.1. Medida en una zona intermedia de la muestra (1º)

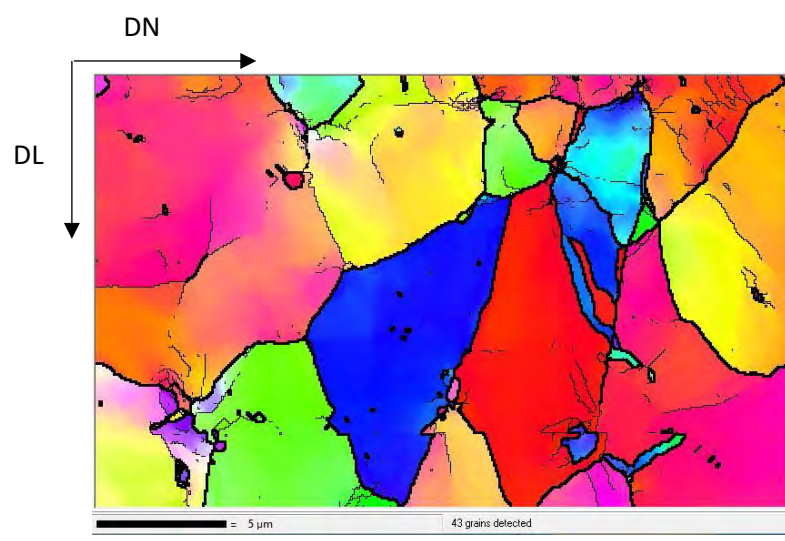
Para esta medida (Fig. 79) se muestran únicamente los mapas IPF limpios ya que el indexado ha sido del 91,6 % y por tanto el error cometido es mínimo. Se observan unos granos bastante equiaxiales con fronteras de ángulo bajo en su interior. En las figuras inversas de polos (Fig. 80) podemos ver cómo la dirección de laminación es predominantemente paralela a la dirección $\langle 1\ 1\ -2\ 0 \rangle$. La DN continúa ligeramente rotada con respecto a la dirección basal como ya se vio en ARB1. En el histograma de desorientación de bordes de grano (Fig. 81) podemos ver que la mayoría de fronteras son de ángulo bajo (60 %).



(a)



(b)



(c)

Figura 79 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN de la zona intermedia de la muestra procesada por ARB 2; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN de la zona intermedia de la muestra procesada por ARB 2; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN de la zona intermedia de la muestra procesada por ARB 2

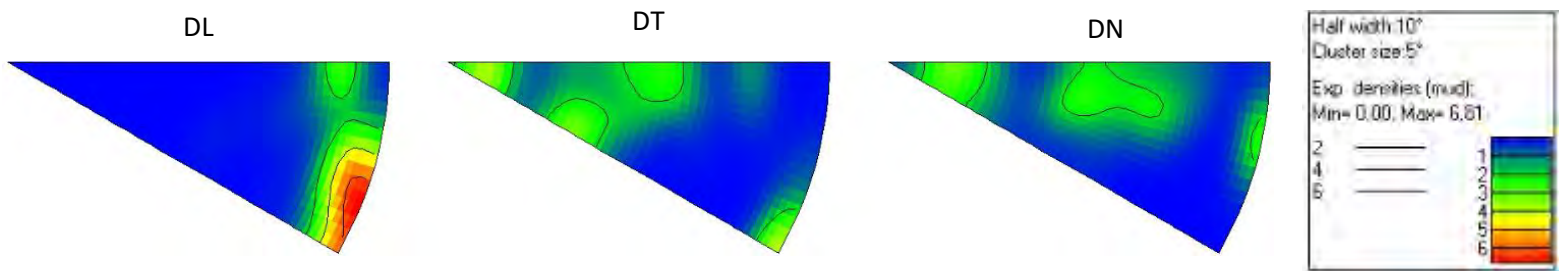


Figura 80 Figuras inversas de polos del plano DL-DN en la zona intermedia de la muestra procesada por ARB 2

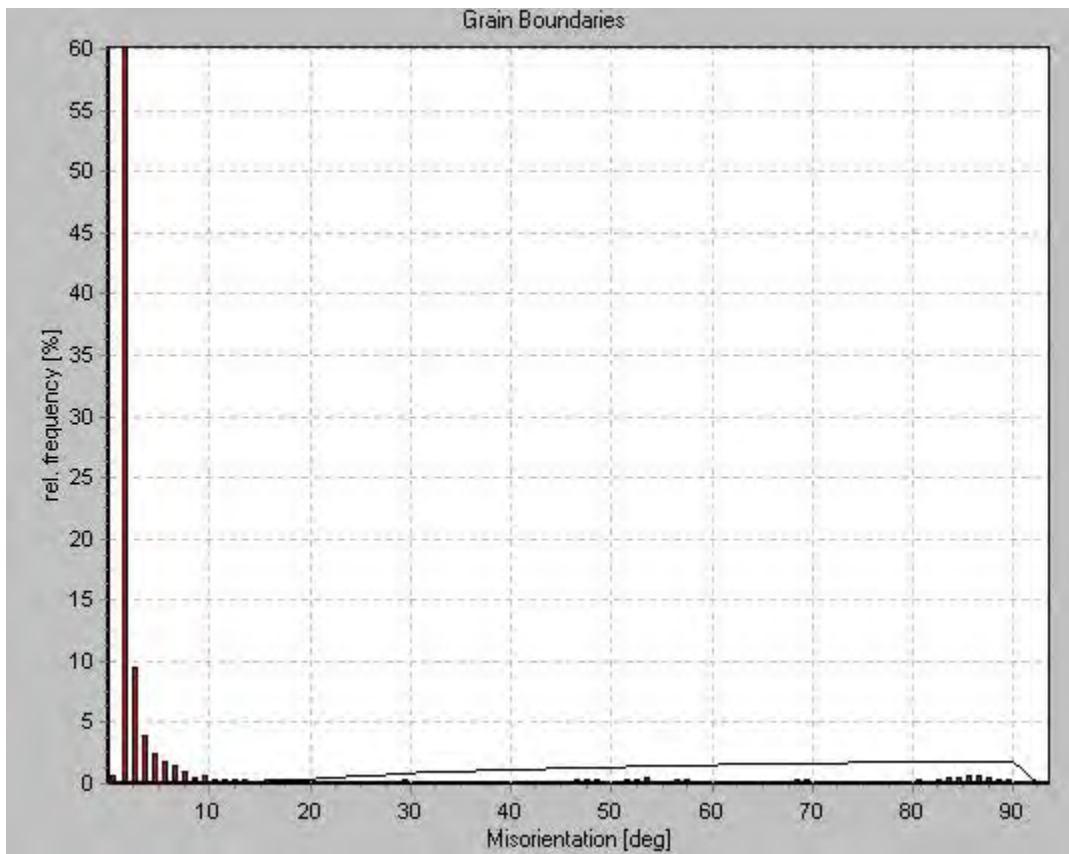
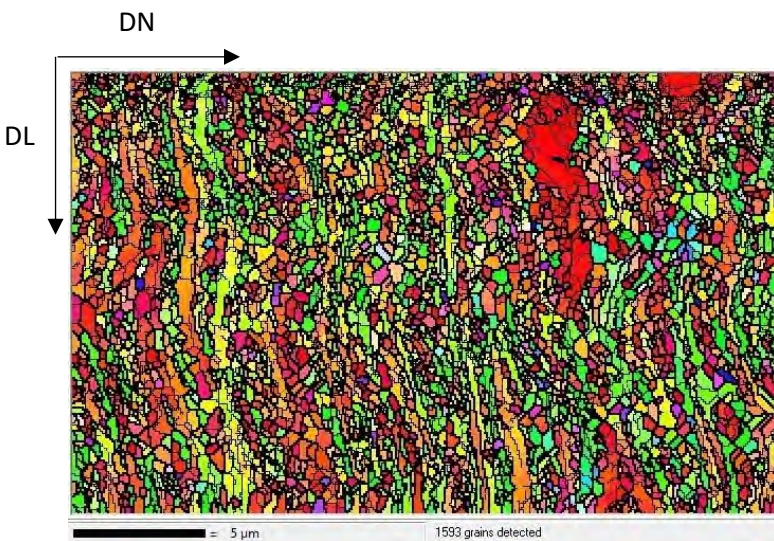
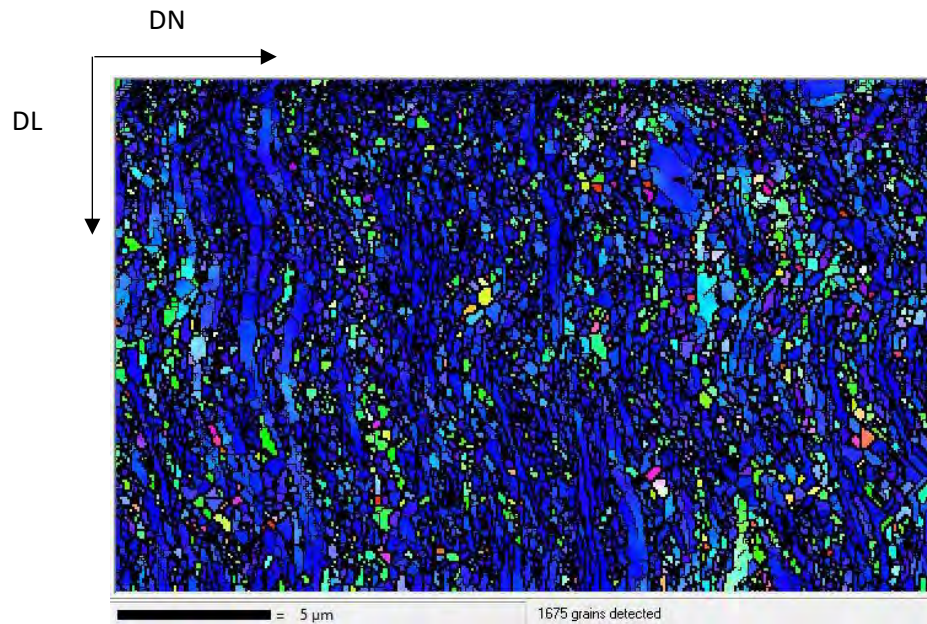


Figura 81 Histograma de desorientación de bordes de grano en el plano DL-DN de la zona intermedia procesado por ARB 2

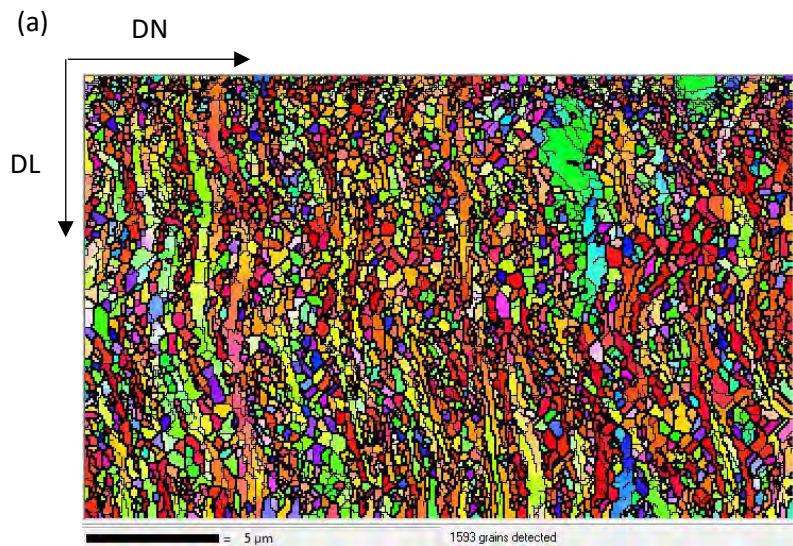
5.4.2. Medida en el centro de la muestra (2º)

El porcentaje indexado para esta medida en el segundo ciclo ha sido de un 39,67% por lo que se ha optado por poner los mapas limpios (Fig. 82) y sin limpiar (Fig. 83) ya que el error que se comete al limpiarlos es importante. A diferencia de las medidas de la simulación del primer ciclo de laminación acumulativa (ARB₁) se puede ver cómo los granos se han afinado y alargado en la dirección de laminación (DL) que coincide con la dirección vertical. En los mapas IPF limpios se observa la microestructura laminar y se ve

cómo los granos se han afinado y han disminuido su tamaño. Dado el pequeño tamaño de grano encontrado éste se ha medido mediante TEM como se verá más adelante.

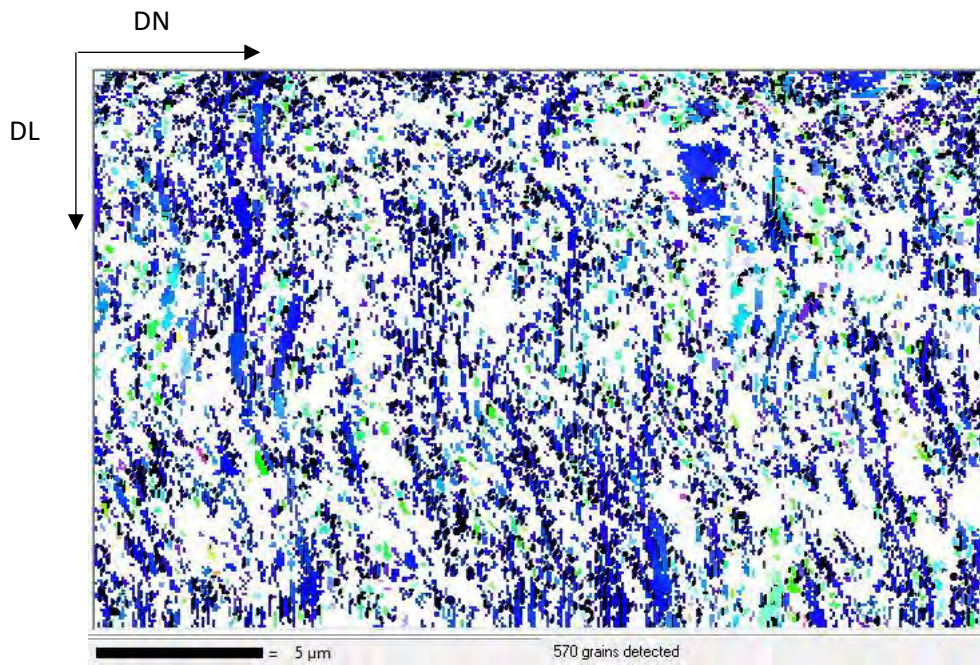


(b)

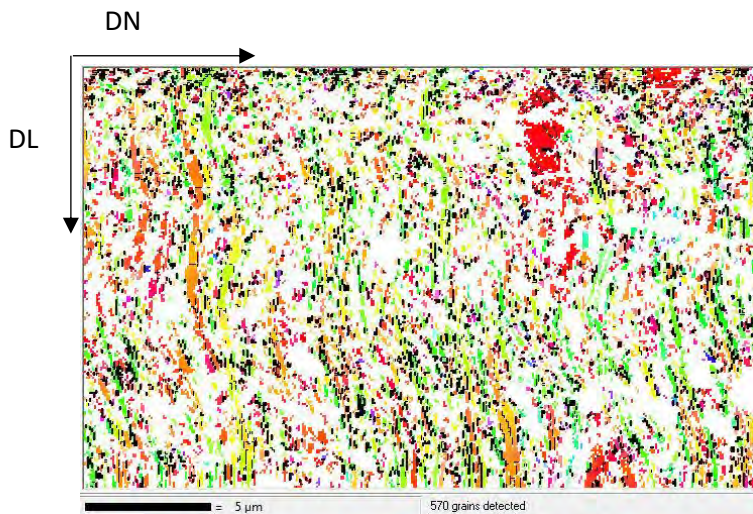


(c)

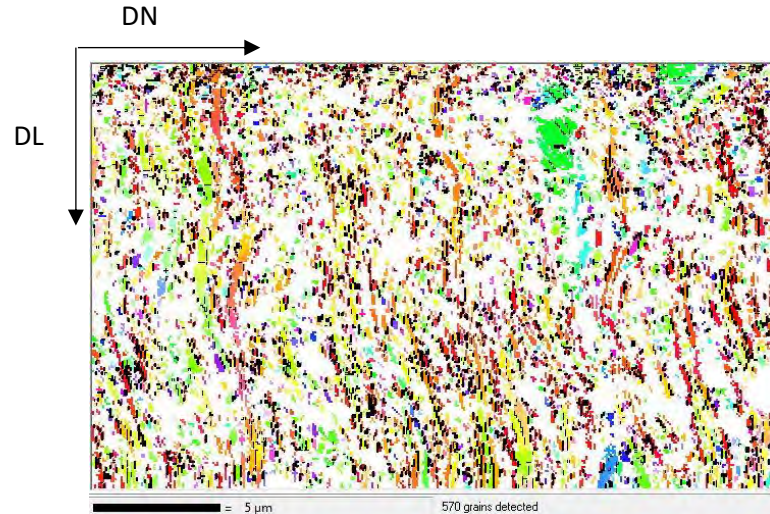
Figura 82 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN del centro de la muestra procesada por ARB 2; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN del centro de la muestra procesada por ARB 2; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN del centro de la muestra procesada por ARB 2



(a)



(b)



(c)

Figura 83 (a) IPF-DL Dirección de laminación del plano DL-DN del centro de la muestra sin limpiar procesada por ARB 2; (b) IPF-DN Dirección normal del plano DL-DN del centro de la muestra sin limpiar procesada por ARB 2; (c) IPF-DT Dirección transversal del plano DL-DN del centro de la muestra sin limpiar procesada por ARB 2

En las figuras inversas de polos de la Figura 84 podemos ver cómo la fracción de granos en los que la dirección de laminación es paralela a la dirección $\langle 11-20 \rangle$ ha aumentado considerablemente (la intensidad del pico correspondiente al IPF de DN aumenta). Por otra parte no existe una dirección cristalina preferente para DN.

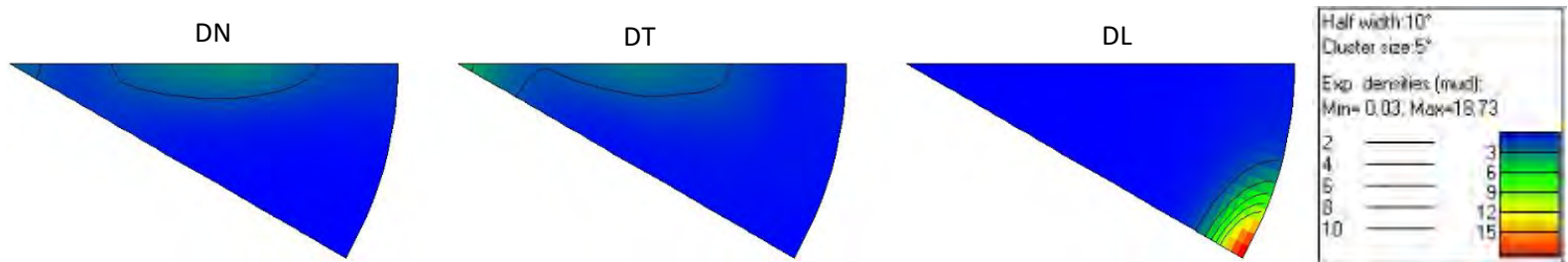
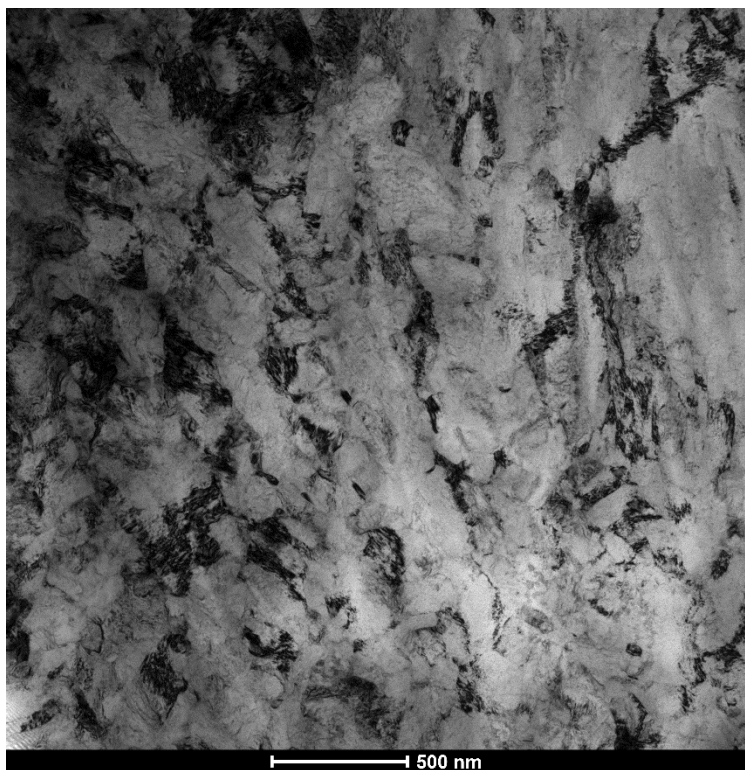


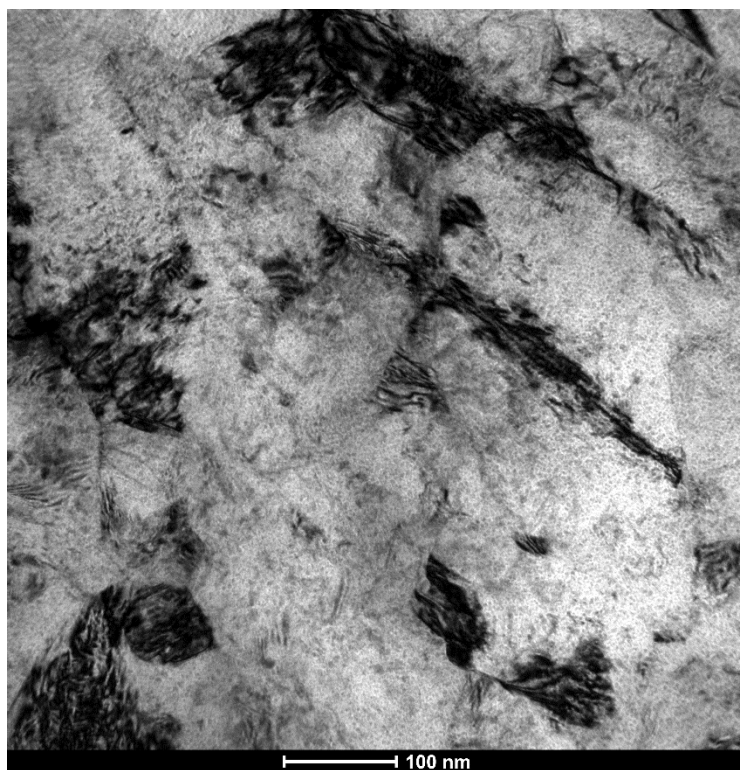
Figura 84 Figuras inversas de polos del plano DL-DN en el centro de la muestra procesada por ARB 2

5.4.3. Estudio de la microestructura del centro de la muestra simulada por ARB 2 mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM)

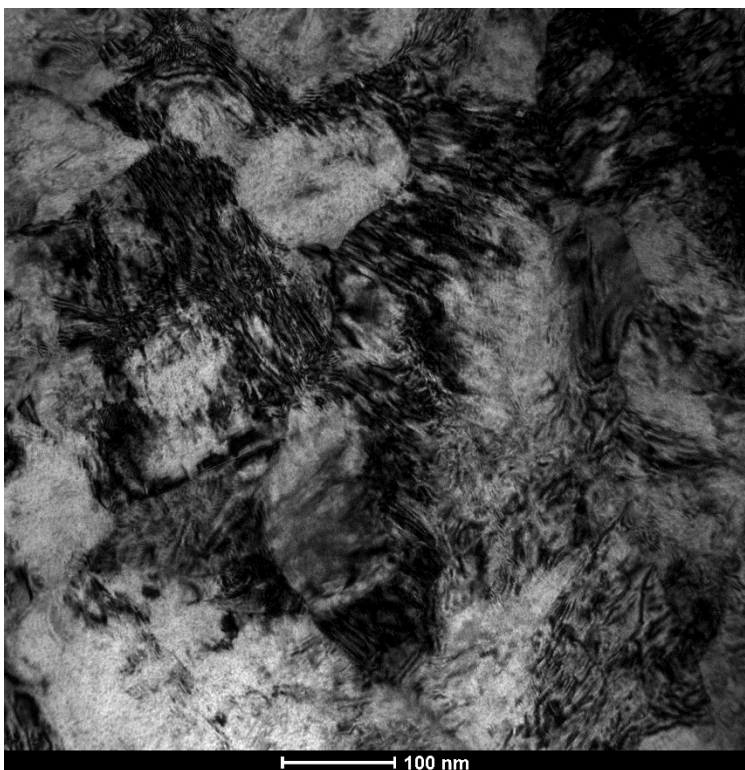
En las Figs. 85-87 se muestra la microestructura de la zona 2º, obtenida mediante TEM. Se puede observar una microestructura más limpia y definida que la obtenida en el primer ciclo de ARB. Han desaparecido gran cantidad de las celdas de dislocaciones que se han transformado con la deformación en subgranos y éstos posteriormente en granos ultrafinos. Como cabía esperar al aumentar la deformación han aumentado el número de subgranos y granos ultrafinos. Por otra parte se observa cómo gran parte de los granos obtenidos no superan los 50 nm.



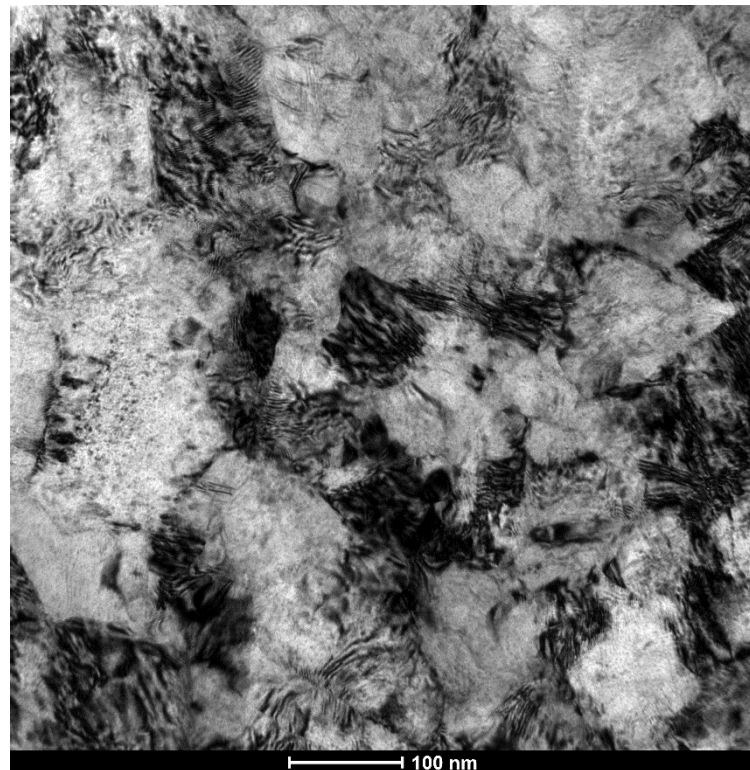
(a)



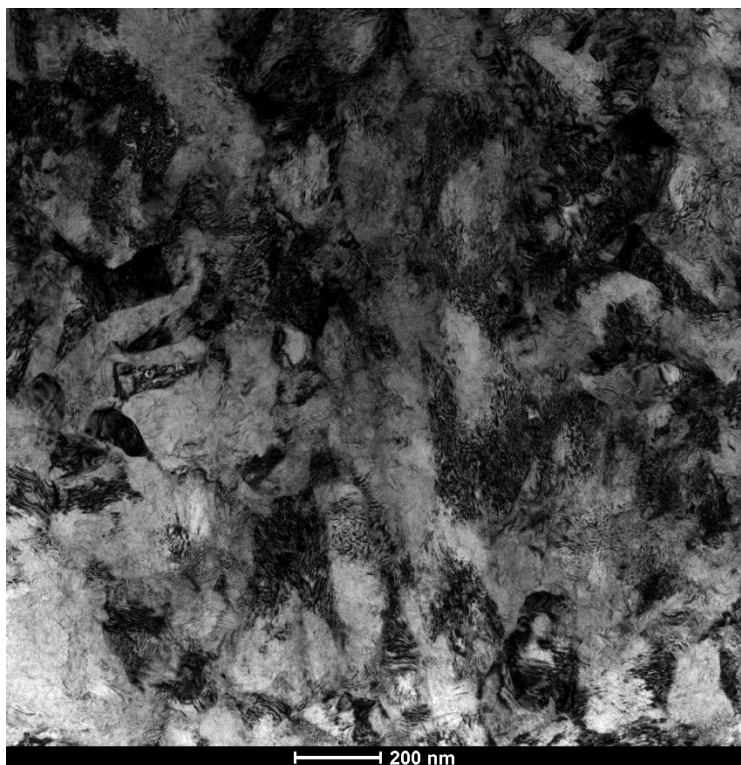
(b)



(c)



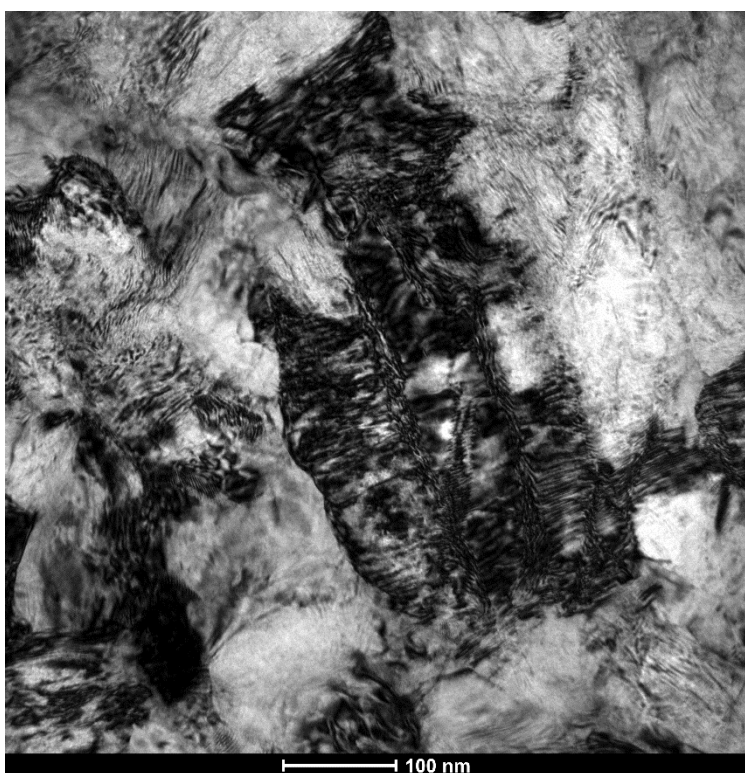
(d)



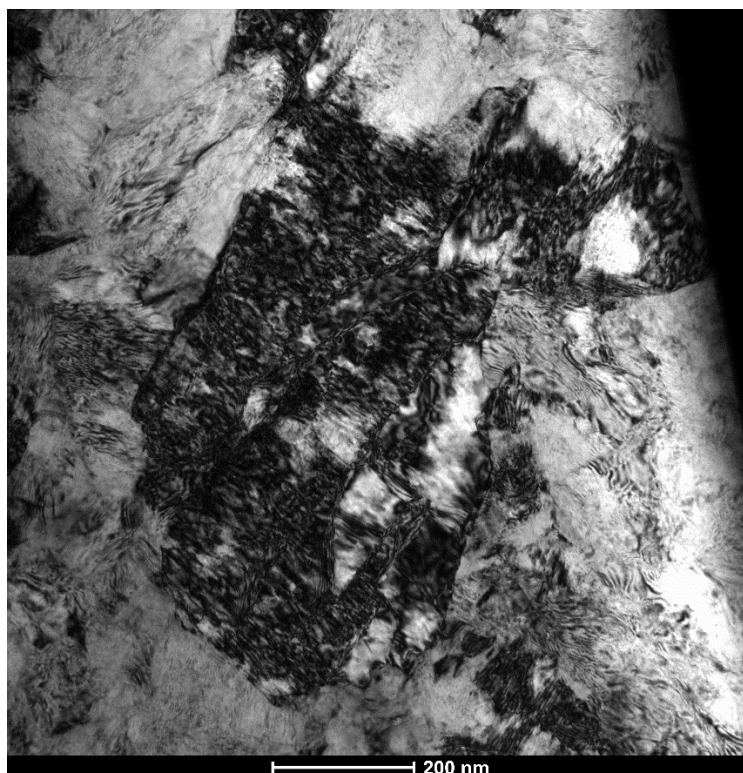
(e)



(f)

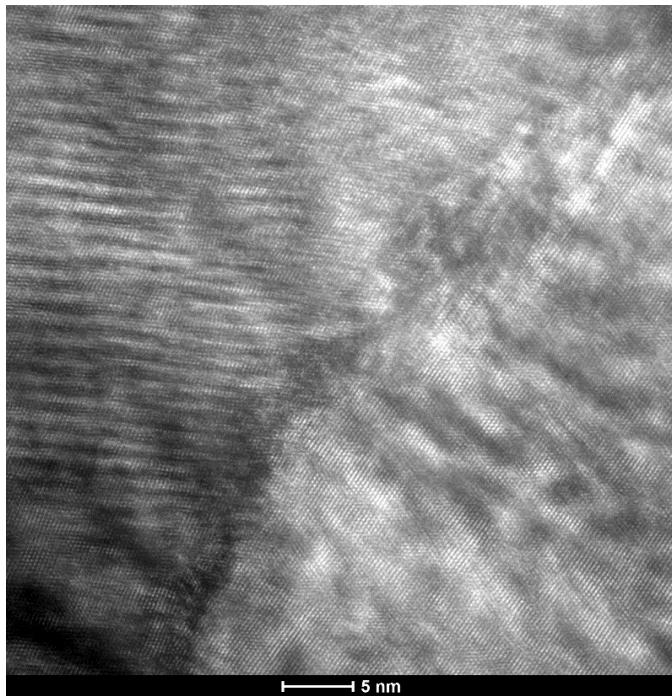


(g)

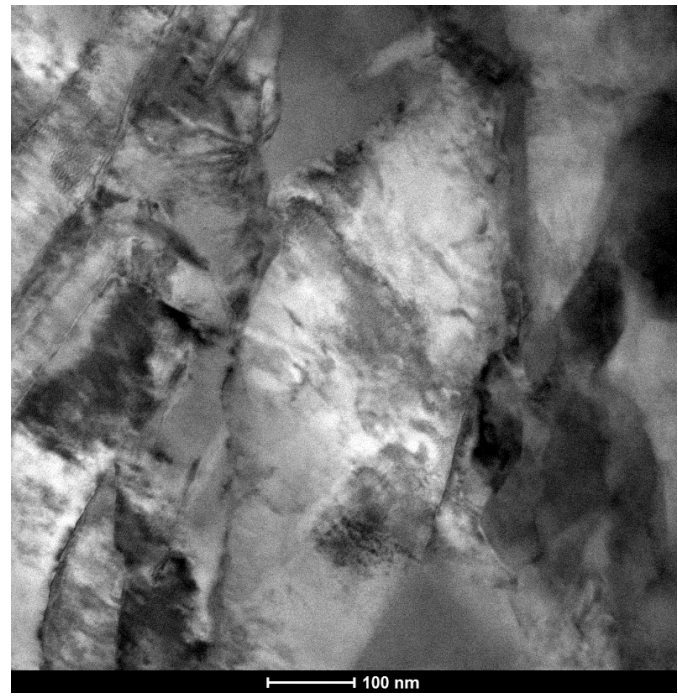


(h)

Figura 85 (a-h) Imagen de la microestructura con granos ultrafinos



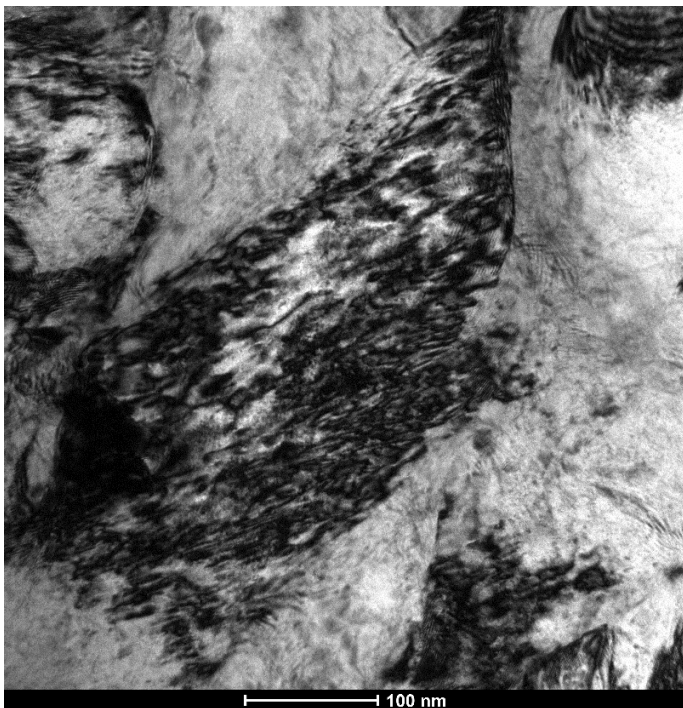
(a)



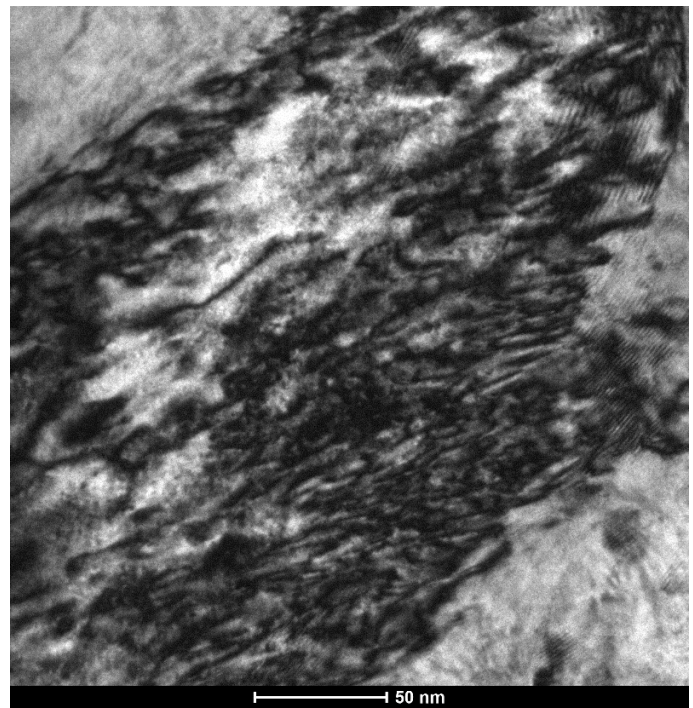
(b)

Figura 86 (a) Imagen de un punto triple donde se distinguen los átomos; (b) Imagen de la microestructura con granos ultrafinos

Para el ARB 2 ha sido más difícil encontrar dislocaciones ya que la microestructura está más limpia.



(a)



(b)

Figura 87 (a-b) Imagen de las dislocaciones dentro de un grano

El patrón de difracción que se muestra en la Figura 88 refleja la presencia de granos y subgranos y es consistente con las observaciones microestructurales comentadas anteriormente.

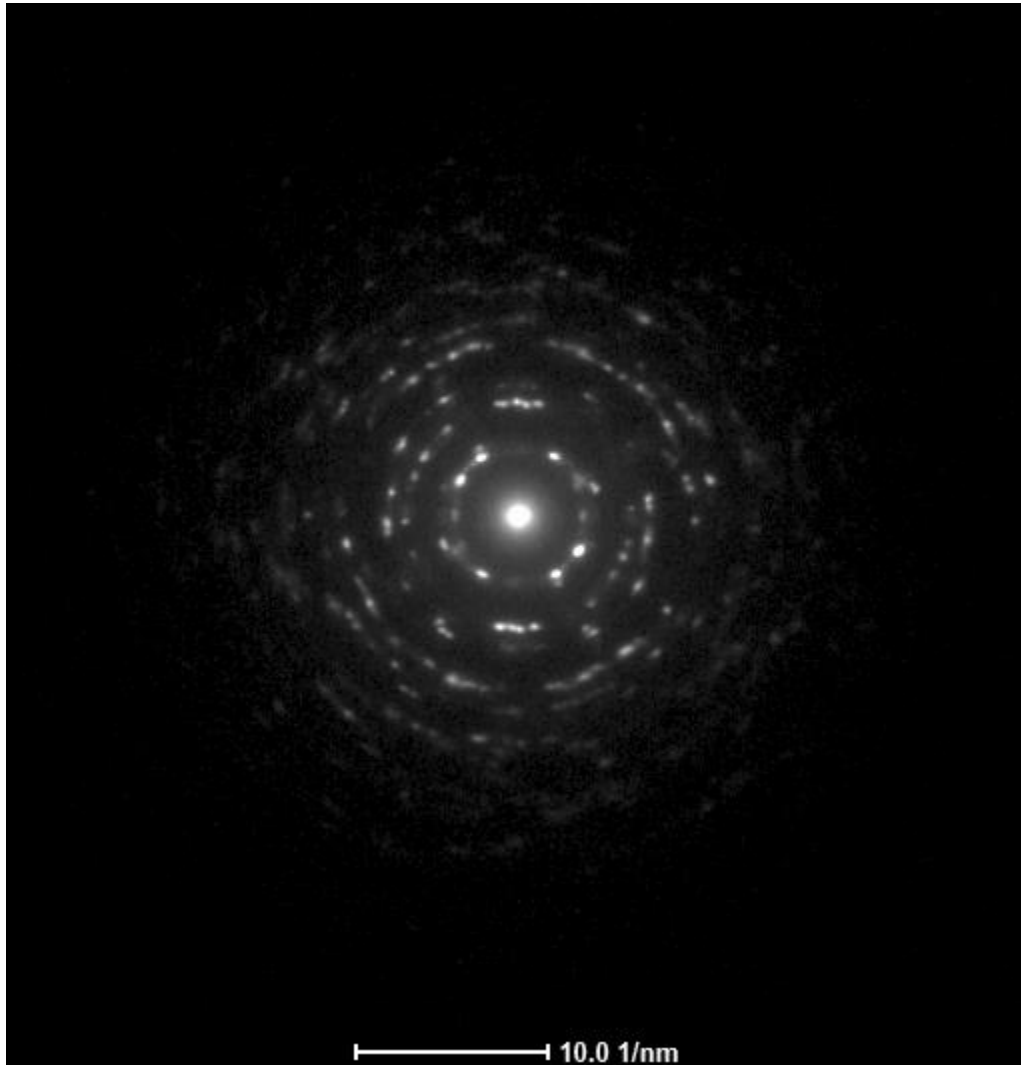


Figura 88 Imagen del patrón de difracción del centro de la muestra simulada por ARB2

5.4.4. Caracterización y comparación del tamaño de grano en las distintas medidas de la muestra simulada por el segundo ciclo de ARB (ARB₂)

En la Figura 89 se ve como el tamaño de grano ha disminuido considerablemente con respecto al primer ciclo de ARB. En este caso tenemos un tamaño de grano en torno a una micra en la zona intermedia y por debajo de una micra en el centro con lo que podemos afirmar que tenemos grano ultrafino. Aun así, como se ha visto anteriormente, se ha optado por observar la microestructura de una lámina obtenida del centro de la muestra en el microscopio óptico de transmisión (TEM) con la intención de ver si ha aumentado el número de granos ultrafinos respecto al primer ciclo. También se pretende comparar el tamaño de grano y comprobar cuál es el tamaño de grano más fiable ya que el obtenido mediante difracción de electrones (EBSD) en el centro de la muestra no es del todo real debido a que solo se ha indexado un 39,67% del total.

Nuevamente, se puede observar cómo disminuye considerablemente el tamaño de grano a medida que nos aproximamos al centro. Esto es debido al efecto borde comentado anteriormente.

ZONA INTERMEDIA PLANO DL-DN			CERCA DEL CENTRO PLANO DL-DN		
EX	1		EX	0,4	Average, expectation
D ² X	2,9	Variance, dispersion	D ² X	0,01	Variance, dispersion
s	1,7	Standard deviation	s	0,2	Standard deviation

Figura 89 Comparación de tamaños de grano de las distintas medidas en el plano DL-DN de la muestra obtenidos mediante aproximación a elipses

Tamaño de grano del plano DL – DN en una zona intermedia → $d = 1,7 \times 1,3013 = 2 \mu\text{m}$

Tamaño de grano del plano DL – DN cerca del centro → $d = 1,7 \times 0,3963 = 700 \text{ nm}$

Como hemos visto anteriormente, mediante TEM:

Tamaño de grano del plano DL – DN en el centro → $d = 1,7 \times 200 = 340 \text{ nm}$

5.5. Discusión

A continuación se comparan los resultados de la microestructura y microtextura obtenidos mediante simulación física en la Gleeble con los publicados en el artículo de referencia (Jiang & Pérez-Prado, 2008) que fueron obtenidos utilizando una laminadora convencional.

Podemos observar que la microtextura obtenida tras el recocido es parecida en ambos casos (Fig. 90)

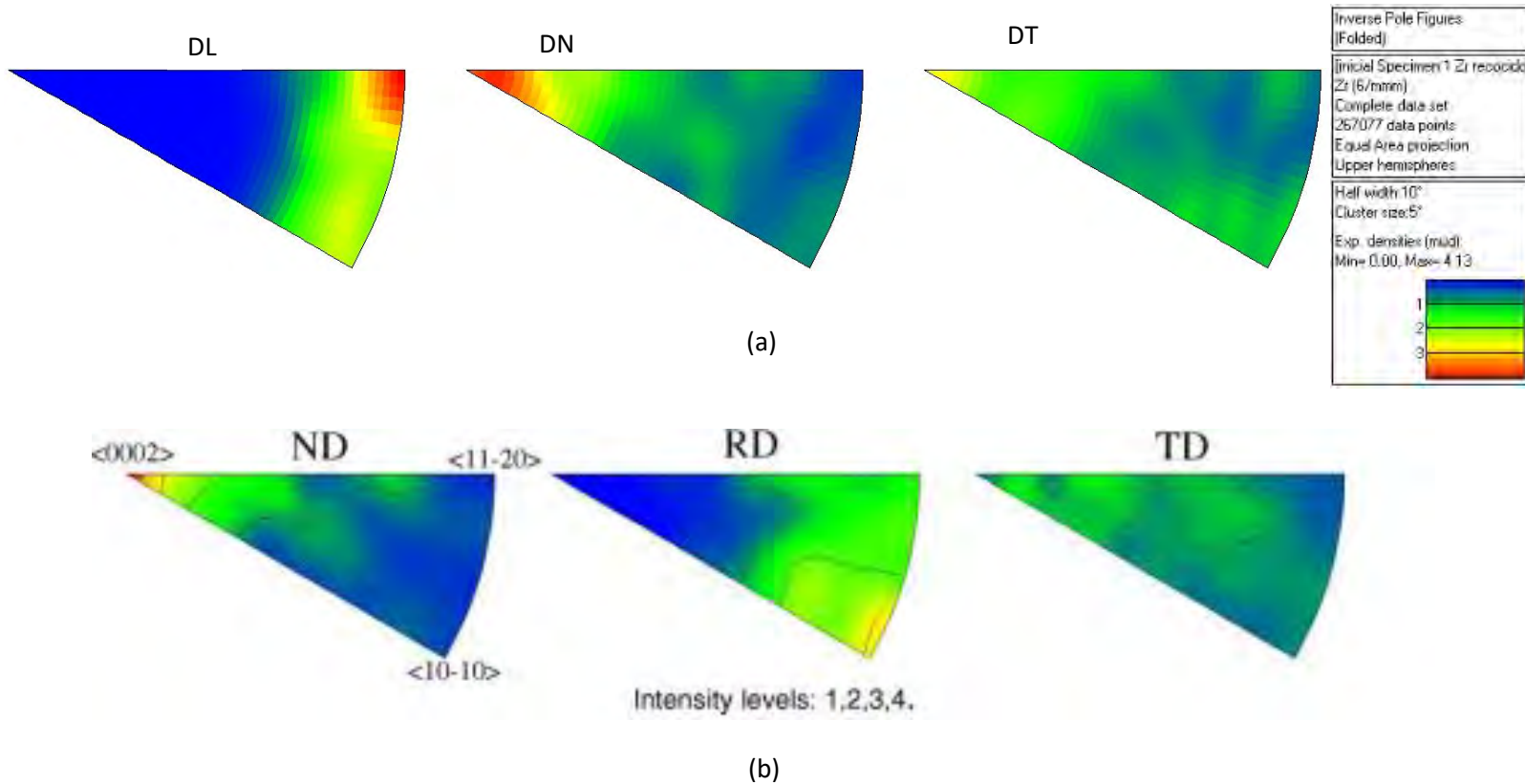


Figura 90 (a) Figuras inversas de polos del plano DL-DT del material recocido; (b) Figuras inversas de polos del plano DL-DN en el material inicial, procesado por ARB convencional (Jiang & Pérez-Prado, 2008)).

En la Figura 91 (Jiang & Pérez-Prado, 2008), que corresponde al material procesado por laminado acumulativo hasta deformaciones elevadas, se puede observar que, efectivamente, estas deformaciones dan lugar a un afino importante del grano y a una textura muy similar a la obtenida en el presente proyecto de fin de carrera después del segundo ciclo de laminado. Esto es, que la DL es preferentemente paralela a la dirección cristalina $\langle 11-20 \rangle$ y DN forma un ángulo con la dirección basal.

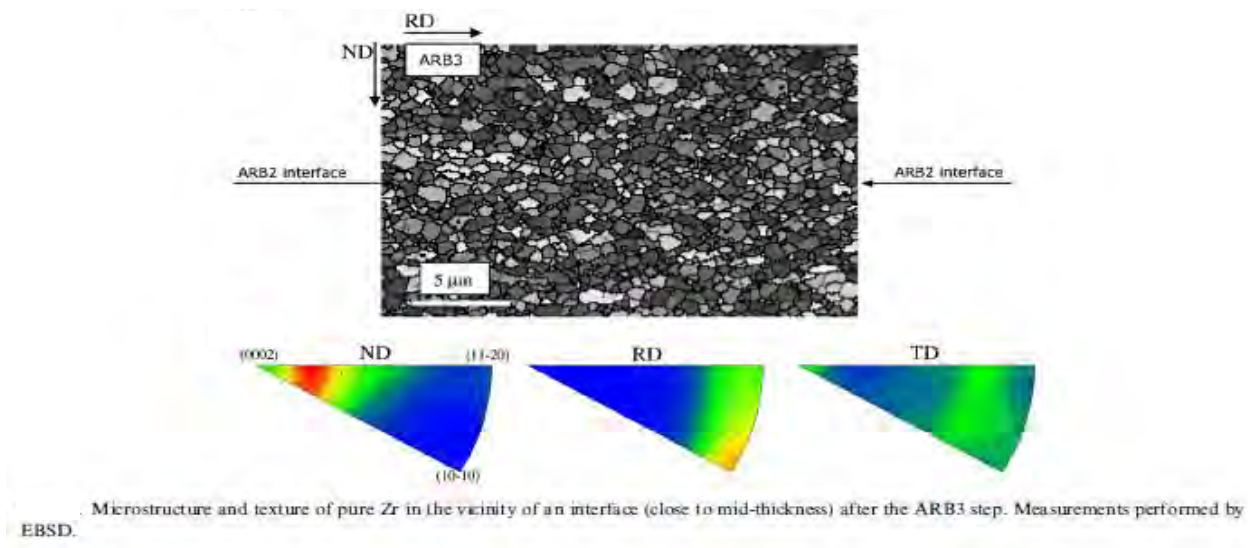


Figura 91 Figuras inversas de polos del plano DL-DN en el material procesado tras tres ciclos de laminación convencional ARB 3 (Jiang & Pérez-Prado, 2008))

El tamaño de grano obtenido en el centro de la muestra tras la simulación física de dos ciclos de laminación es de aproximadamente entre 100nm – 300nm. Si lo comparamos con lo publicado en el artículo de referencia (Jiang & Pérez-Prado, 2008) se ve que en este, tras haber realizado el ARB 2, se obtiene un tamaño de grano de 320nm y tras el ARB 3 pasa a ser de 400nm. Por lo tanto podemos concluir que hemos obtenido una microestructura con granos ultrafinos de tamaños de grano comparables.

6. Conclusiones

En este trabajo se ha procesado Zr puro mediante laminado acumulativo utilizando un equipo Gleeble de simulación física. Posteriormente los resultados se han comparado con los obtenidos mediante una laminadora convencional, y las conclusiones que se pueden extraer del presente estudio son las siguientes:

1. La evolución de la microtextura es muy similar en ambos casos. En el material inicial la dirección de laminación es paralela a direcciones prismáticas, mientras que la dirección normal es paralela al plano basal. A medida que aumenta la deformación DL se va orientando paralelamente a la dirección $\langle 11-20 \rangle$ y DN se aleja de la dirección basal.
2. Los tamaños de grano obtenidos también son similares. En ambos casos se obtiene una disminución significativa del tamaño de grano, que mediante simulación física llega a estar comprendido entre 100 y 300 nm después de someter la muestra a dos ciclos de laminado acumulativo. A medida que aumenta la deformación se obtiene una microestructura más definida y más limpia de dislocaciones, debido a que muchas se agrupan formando subgranos y granos ultrafinos.
3. Según todo lo expuesto anteriormente **se puede concluir que es posible simular un proceso de laminación acumulativa (ARB) realizando un ensayo de compresión en deformación plana mediante la tecnología Gleeble.**

7. Bibliografía

- Azushima, A. (2008). Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. In *CIRP Annals Manufacturing Technology* (pp. 716-735). Elsevier .
- Cabrera, J. M., & R, B. R. (2008). Obtención de materiales metálicos de tamaño de grano ultrafino. 165-169.
- Cojocaru, V.-D., Raducanu, D., Gordin, D. M., & Cinca, I. (2013). Texture evolution during ARB processing of Ti-10Zr-5Nb-5Ta alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 260-269.
- Drozdz, K., Horsinka, J., Kliber, J., Cerny, M., Ostroshko, D., & Mamuzic, L. (2011). Study of development of strain compression test. *Metal*, 18-23.
- Grajales, D. H. (2010). Principios y aplicaciones de la técnica de difracción de electrones retro-proyectados (EBSD, Electron Back-Scattering Diffraction). 66-76.
- Jiang, L., & Pérez-Prado, M. (2008). Texture, microstructure and mechanical properties of equiaxed ultrafine-grained Zr fabricated by accumulative roll bonding. 1228-1242.
- Mandziej, S. T. (2010). Physical simulation of metallurgical processes. *Materials and technology*, 105-119.
- Manrique, P. H. (2011). *Efecto del procesado por laminación severa acumulativa (ARB) en la microestructura y las propiedades mecanicas de la aleacion de aluminio 7075*. Marzo: CSIC.
- Prado, M. T. (1998). *Estudio de la deformación de aleaciones superplásticas de aluminio mediante análisis de texturas*. Madrid.
- Saito, Y., Utsunomiya, H., Tsuji, N., & Sakai, T. (1998). Novel ultra-high straining process for bulk materials-development of the accumulative roll-bonding (ARB) process. Elsevier Science.
- Tadano, Y. (2016). Formability of magnesium sheet with rolling texture. *International Journal of Mechanical Sciences*, 72-82.